

TRABAJO FINAL DE GRADO

Grado en Ingeniería Química

**DESARROLLO Y ESTUDIO DE SUPERCAPACITORES DE
POLÍMEROS ORGÁNICOS CONDUCTORES EN
CONFIGURACIÓN MULTICAPA**



Memoria y Anexos

Autor: Eduardo Ruiz López
Director: Núria Borràs Cristòfol
Convocatoria: Junio 2019

Resumen

El principal objetivo de este trabajo final de grado es demostrar si se pueden utilizar polímeros multicapa con capas de poros como supercapacitores y con cuantas capas es más rentable trabajar. Para la formación de la multicapa he utilizado los polímeros poli-3,4-etilenodioxitiofeno (PEDOT), un copolímero (COP) formado por poly-N-metilpirrol (PNMePy) y PEDOT y una solución de cloruro sódico (NaCl) al 20% para generar la capa de poros.

La primera parte del trabajo, consiste en hacer diferentes configuraciones de multicapas para ver cuál de todas es más estable y puede almacenar más energía. Para evaluar que configuración es más estable que otra, realizamos una cronopotenciometria (CP) y una ciclovoltometria (CV).

Una vez obtenemos las dos mejores configuraciones, montamos un dispositivo supercapacitor para encender un LED así poder demostrar que configuración es la más estable y actúa mejor como dieléctrico.

Analizando los resultados experimentales obtenidos en la realización del trabajo, podemos decir que la mejor configuración es PEDOT/COP/capa de poros/COP/PEDOT (PCpCP), ya que es el que mejor resultado ha dado en las tres pruebas realizadas.

Resum

El principal objectiu d'aquest treball de fi de grau es demostrar si es poden utilitzar polímers multicapa amb capes de porus com supercapacitors i amb quantes capes és més rentable treballar. Per la formació de la multicapa he utilitzat els polímers poli-3,4-etilendioxitiòfè (PEDOT), un copolímer format per poly-N-metilpirrol (PNMePy) i PEDOT i una solució de clorur sòdic (NaCl) al 20% per generar la capa de porus.

La primera part del treball, consisteix en fer diferents configuracions per veure quina de totes es més estable i pot emmagatzemar més energia. Per avaluar quina configuració és més estable que altra, realitzem una cronopotenciometria (CP) y una ciclovoltometria (CV).

Una vegada obtenim les dos millors configuracions, muntem un dispositiu supercapacitor per encendre un LED així poder demostrar quina configuració és la més estable i quina actua millor com dielèctric.

Analitzant els resultats experimentals obtinguts en la realització del treball, podem dir què la millor configuració és PEDOT/COP/capa de porus/COP/PEDOT (PCPCP), ja que es el que millor resultat dona en les tres probes realitzades.

Analizando los resultados experimentales obtenidos en la realización del trabajo, podemos decir que la mejor configuración es PEDOT/COP/capa de poros/COP/PEDOT (PCpCP), ya que es el que mejor resultado ha dado en las tres pruebas realizadas.

Abstract

The main objective of this final degree project is to demonstrate whether multiplayer polymers with pore layers can be used as supercapacitors and how many layers it is more profitable to work with. For the formation of the multilayer I have used poly-3,4,-ethylenedioxythiophene (PEDOT), a copolymer (COP) formed by poly-N-methylpyrrole (PNMePy) and PEDOT and a sodium chloride solution (NaCl) at 20% to generate the pore layer.

The first part of the project is to make different multilayer configurations to see which of them is more stable and can store more energy. To evaluate which configuration is more stable than another, we perform a chronopotentiometry (CP) and a cyclic voltammetry (CV).

Once we get the two best configurations, we make a supercapacitor device to turn on a LED so we can show which configuration is the most stable and the one that acts as dielectric.

Analyzing the experimental results obtained in the execution of the project, we can say that the best configuration is PEDOT/COP/ pore layer/COP/PEDOT (PCpCP), because is it the one that has given the best results in the three tests.

Agradecimientos

Lo primero de todo agradecer a la EEBE por darme la oportunidad de hacer un trabajo final de grado de este tipo, en especial al grupo de investigación IMEM por dejarme ser parte de su equipo y realizar un estudio tan interesante como el desarrollo de nuevos materiales.

Quería agradecer a Núria Borràs Cristòfol, mi tutora del TFG, por ayudarme en todo momento que tenía dudas y enseñarme cómo enfocar un trabajo de fin de carrera. También agradecer al profesor Francesc Estrany Coda por colaborar en la parte final del proyecto con la pila electrolítica tanto facilitándome los materiales como apoyándome en su montaje.

Por último y no menos importante, me gustaría agradecer a mis padres, mi hermana, mi novia y mis amigos por estar apoyándome en todo momento en la realización de este proyecto y poder dar el 100 % para acabar con buen pie la carrera.

Glosario

A= Amperio

C= Coulomb

CE= Contra-electrodo (Control electrode)

COP = Copolímero

CP = Cronopotenciometria

CV = Ciclovoltometria

dis.= Disolución

E= Potencial

E_o= Potencial inicial

E_a= Potencial de corte anódico

E_c= Potencial de corte catódico

EDOT= 3,4-etilenodioxitiofeno

EEBE = Escola d'Enginyeria de Barcelona Est

F =Faraday

i= Intensidad

INEM= Investigación de materiales

J=Joules

LEA = pérdida de electostabilidad (Less of electrostability)

NMePy= N-metilopyrrol

n= Número de ciclo

PCCP = PEDOT/COP/COP/PEDOT

PCP = PEDOT/COP/PEDOT

PCpCP = PEDOT/COP/poros/PEDOT/COP

PP= PEDOT/PEDOT

PpCpCpP= PEDOT/poros/COP/poros/COP/poros/PEDOT

PpCpP= PEDOT/poros/COP/poros/PEDOT

PpP= PEDOT/poros/PEDOT

PSCCSP= PEDOT/sal/COP/sal/COP/sal/PEDOT

PSCSP= PEDOT/sal/COP/sal/PEDOT

PEDOT= Poli-3,4-etilenodioxitiofeno

PNMePy= Poli-N-metilopyrrol

Q= Carga

R= Radical

RE = Electrodo de Referencia (Reference electrode)

SC= Capacitancia específica (Specific Capacitance)

t= Tiempo

s= segundos

UPC = Universitat Politècnica de Catalunya

V= Voltios

ΔV = Intervalo de barrido

WE = electrodo de trabajo (Work electrode)



Índice

RESUMEN	I
RESUM	II
ABSTRACT	III
AGRADECIMIENTOS	IV
GLOSARIO	VI
1. PREFACIO.	13
1.1. Origen del trabajo.	13
1.2. Motivación.	13
1.3. Requisitos previos.	14
2. INTRODUCCIÓN.	15
2.1. Objetivos del trabajo.	15
2.2. Alcance del trabajo.	16
3. FUNDAMENTO TEÓRICO.	17
3.1. Polímeros.	17
3.1.1. Clasificación.	18
3.1.2. Estructura.	19
3.1.3. Configuración molecular.	20
3.1.4. Isomería geométrica.	21
3.2. Polímeros conductores.	22
3.2.1. Historia.	22
3.2.2. Síntesis.	23
3.2.3. Clasificación.	23
4. MATERIAL Y REACTIVOS.	25
4.1. Material.	25
4.1.1. Material de electroquímica.	25
4.1.2. Instrumental de laboratorio.	27
4.1.3. Material circuito eléctrico.	28
4.2. Reactivos.	28
5. SUSTANCIAS Y TÉCNICAS DE ESTUDIO.	29
5.1. Polímeros de estudio.	29

5.1.1.	Poli-3,4- etilenodioxitiofeno (PEDOT).....	29
5.1.2.	Copolímero (COP).	29
5.2.	Técnicas de estudio.	30
5.2.1.	Cronopotenciometria (CP).....	30
5.2.2.	Ciclovoltometria (CV).	31
5.2.3.	Pila electrolítica.....	33
6.	DESARROLLO EXPERIMENTAL. _____	34
6.1.	Preparación de disoluciones.....	34
6.1.1.	Preparación de 50 mL de PEDOT.....	34
6.1.2.	Preparación de 50 mL de COP.	35
6.1.3.	Preparación de 50 mL de disolución de acetonitrilo con perclorato de litio.....	35
6.1.4.	Preparación de 100 mL de disolución de NaCl al 20%.	36
6.2.	Preparación de los electrodos.....	38
6.3.	Preparación de polímeros.	39
6.3.1.	Polímero PSCSP.	39
6.3.2.	Polímero PpCpP.	40
6.3.3.	Polímero PSCSCSP.	41
6.3.4.	Polímero PpCpCpP.	42
6.3.5.	Polímero PP.....	43
6.3.6.	Polímero PCP.....	44
6.3.7.	Polímero PCCP.....	45
6.3.8.	Polímero PpP.....	46
6.3.9.	Polímero PCpCP.	47
6.4.	Aplicación de las técnicas de estudio.....	48
6.4.1.	CP.....	48
6.4.2.	CV.	49
6.4.3.	Pila electrolítica.....	50
7.	CÁLCULOS REALIZADOS. _____	51
7.1.	LEA.....	51
7.2.	SC.....	51
8.	RESULTADOS. _____	53
8.1.	PSCSP.....	53
8.1.1.	CP.....	53
8.1.2.	CV.	54
8.2.	PpCpP.....	55

8.2.1.	CP.....	55
8.2.2.	CV.....	56
8.3.	PSCSCSP.....	57
8.3.1.	CP.....	57
8.3.2.	CV.....	58
8.4.	PpCpCpP.....	59
8.4.1.	CP.....	59
8.4.2.	CV.....	60
8.5.	PP.....	61
8.5.1.	CP.....	61
8.5.2.	CV.....	62
8.6.	PCP.....	63
8.6.1.	CP.....	63
8.6.2.	CV.....	64
8.7.	PCCP.....	65
8.7.1.	CP.....	65
8.7.2.	CV.....	66
8.8.	PpP.....	67
8.8.1.	CP.....	67
8.8.2.	CV.....	68
8.9.	PCpCP.....	69
8.9.1.	CP.....	69
8.9.2.	CV.....	70
8.10.	Comparativa de resultados.....	71
8.10.1.	CP.....	71
8.10.2.	CV: LEA.....	73
8.10.3.	CV: SC.....	74
8.10.4.	Conclusión de resultados.....	75
8.11.	Pila electrolítica.....	76
8.11.1.	Duración del LED.....	76
8.11.2.	Ciclos carga-descarga.....	78
8.12.	Elección final.....	81
9.	GESTIÓN DE RESIDUOS.....	82
	CONCLUSIONES.....	83
	ANÁLISIS ECONÓMICO.....	85

Gasto material.	85
Gasto de reactivos	87
Gasto salarial.	88
Gasto final.	89
BIBLIOGRAFÍA.	91
ANEXO 1. FICHAS DE SEGURIDAD.	93
A1.1. EDOT.	93
A1.2. NMPy.	94
A1.3. Perclorato de litio.	95
A1.4. Acetonitrilo.	96
A1.5. Cloruro sódico.	97
A1.6. Cloruro potásico.	97
A1.7. Etanol.	98
A1.8. Acetona.	99
A1.9. Nitrógeno.	100
A1.10. Agua destilada.	100
ANEXOS 2. TABLAS CICLOS CARGA-DESCARGA.	101
A2.1. PCpCP.	101
A2.2. PpCpP.	103
ANEXO 3: TIEMPOS SECUNDARIOS DE CARGA LED.	105
ANEXO 4: GRÁFICOS DE CP Y CV DE LA SEGUNDA REPETICIÓN.	106
A4.1. PSCSP.	106
A4.2 PpCpP.	107
A4.3. PSCSCSP.	109
A4.4. PpCpCpP.	110
A4.5. PP.	112
A4.6. PCP.	113
A4.7. PCCP.	115
A4.8. PpP.	116
A.4.9. PCpCP.	118

1. Prefacio.

El estudio y la realización de este Trabajo Final de Grado (TFG) surgió de los investigadores y trabajadores de la Escola de Enginyeria de Barcelona Est (EEBE) que forma parte de la Universidad Politècnica de Catalunya (UPC)

1.1. Origen del trabajo.

En el tema de la investigación, la EEBE está dividida en varios departamentos según la rama de estudio. En este caso, este TFG surge del Departamento de Ingeniería Química, concretamente en el grupo de investigación llamado IMEM (Investigación de Materiales). Este grupo se centra en el estudio de desarrollo de nuevos materiales, principalmente polímeros, ya sea experimentalmente o con una simulación por ordenador.

El desarrollo de estos nuevos materiales se podría dividir en varias partes. La primera es la síntesis del polímero a través de procesos de polimerización químicos o electroquímicos (como los utilizados en este trabajo). La segunda es la caracterización de sus propiedades tanto físicas como químicas. Y la última fase es la optimización del polímero y el desarrollo de modelos para realizar la simulación del comportamiento de sistemas moleculares y macromoleculares. [1]

1.2. Motivación.

La UPC dispone de varias ramas de investigación para que los alumnos puedan realizar proyectos de investigación y experimentación. Muchos alumnos, como en mi caso, nos unimos a estos proyectos para poder conocer de primera mano cómo se realiza la búsqueda de información previa, el desarrollo experimental y poder sacar tus propias conclusiones según el resultado de los experimentos.

Otra motivación es pensando en el futuro. Realizar un trabajo de experimentación te puede abrir puertas en el mundo laboral ya que muchas empresas buscan ingenieros que sepan moverse en el departamento de Investigación y Desarrollo (I+D).

1.3. Requisitos previos.

El principal requisito previo para poder realizar este proyecto es haber terminado todos los créditos obligatorios de la carrera que estoy ejerciendo, Ingeniería Química.

Este proyecto parte de la base de varios artículos en los cuales hablan sobre las propiedades físicas y electrónicas de los polímeros utilizados en los experimentos y en la configuración multicapa que se ha realizado para la creación de estos polímeros. Los artículos base son los siguientes: [2], [3], [4] y [5].

A partir de las propiedades de EDOT y NMePy y de las técnicas de síntesis obtenidas en estos artículos se llevará a cabo este proyecto para poder obtener un supercapacitor estable y funcional.

2. Introducción.

Este proyecto trabaja en el descubrimiento de un nuevo polímero supercapacitor en configuración multicapa formado por poli-3,4-etilenodioxitiofeno (PEDOT) y un copolímero compuesto por 3,4-etilenodioxitiofeno (EDOT) y N-metilpirrol (NMePy). Entre estas capas, generaremos una o varias capas de poros a partir de una disolución de cloruro sódico (NaCl) al 20% para crear un espacio entre las capas y que actúe como dieléctrico.

Realizamos varios tipos de configuración y lo sometemos a diversas pruebas, entre ellas una cronopotenciometría (CP) y una ciclovoltometría (CV). Una vez hemos realizado estas pruebas, con las configuraciones óptimas montamos una pila electroquímica para ver cuanta energía pueden almacenar y si pueden encender un LED. A partir de estos resultados sacamos nuestras propias conclusiones.

2.1. Objetivos del trabajo.

La idea de realizar este trabajo de fin de grado (TFG) es poder cumplir una serie de objetivos para poder ayudar en la investigación sobre nuevo tipos de polímeros. Los objetivos son los siguientes:

- Comprobar si los polímeros en configuración multicapa se pueden utilizar como supercapacitores.
- Ver que configuración es la más adecuada para poder utilizarla como supercapacitor.
- Demostrar si es mejor un supercapacitor con poros, con sal o solo con capas de PEDOT y COP.
- Calcular la pérdida de electroestabilidad de los diferentes sistemas multicapa ensayados.
- Calcular la capacitancia específica de las multicapas.
- Comprobar si los polímeros en configuración multicapa pueden almacenar electricidad suficiente para encender un LED.
- Hacer un estudio económico del proyecto realizado.

A lo largo de la realización de este trabajo, se explicará cómo se han realizado los diferentes experimentos y si se han podido cumplir todos los objetivos propuestos en este apartado.

2.2. Alcance del trabajo.

Este proyecto forma parte del grupo de investigación IMEM donde estudian el desarrollo de nuevos polímeros conductores.

La principal función de este nuevo polímero es utilizarlo como supercapacitor, así que podría relacionarse mucho con el mundo de la electrónica como por ejemplo:

- Compuestos de un microchip.
- Baterías para pequeños electrodomésticos.
- Entre otros...

3. Fundamento teórico.

Antes de comenzar a profundizar sobre los polímeros orgánicos conductores con la finalidad de ser utilizado como un supercapacitor, realizaremos una pequeña introducción teórica sobre los polímeros, su estructura y sus propiedades, y sobre los polímeros conductores donde hablaremos de sus propiedades y de su síntesis.

3.1. Polímeros.

Los polímeros son grandes moléculas con un alto peso molecular compuestos por monómeros, una unidad compuesta por un hidrocarburo con un radical enlazado, que se repiten sucesivamente en lo largo de la cadena unidos a través de enlaces covalentes y otros tipos de fuerzas electrostáticas como puentes de hidrogeno, Van der Waals o fuerzas hidrofóbicas. Uniendo varias de ellas se pueden llegar a formar macromoléculas.

La formación de polímeros consiste en la reacción en cadena de un hidrocarburo que reacciona a una sustancia catalítica llamada R.

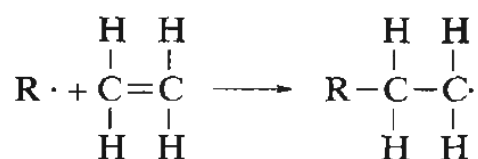


Imagen 1. Paso de etileno a polietileno (Fuente: [6])

Una vez se ha formado el polímero se comienzan a unir monómeros gracias al electrón desapareado (\cdot). El electrón suelto se comienza a transmitir a lo largo de la cadena polimérica hasta que llega al monómero final de la cadena.

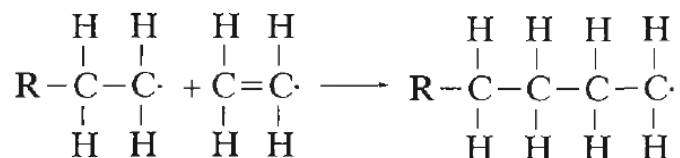


Imagen 2. Adición de monómeros a la cadena del polietileno. (Fuente: [6])

3.1.1. Clasificación.

Hay gran variedad de polímeros debido al orden de unión de sus monómeros debido a que muchos polímeros no están constituidos con los mismos monómeros. Podemos agrupar a los polímeros en dos grandes grupos: [6]

- **Homopolímeros:** polímeros que tienen todas las unidades monoméricas (A) del mismo tipo (cadena homogénea).

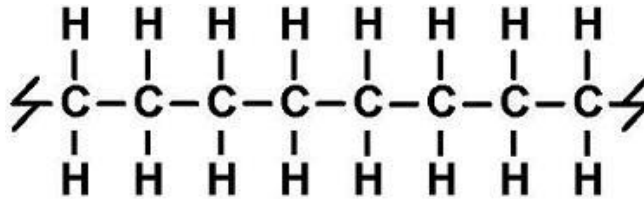


Imagen 3. Polietileno, un ejemplo de homopolímero (Fuente [7])

- **Copolímeros:** polímeros formado por dos o más monómeros (A y B) (cadena heterogénea). Según el orden de la cadena los podemos agrupar en varios grupos:
 - Copolímeros al azar: copolímero formado por varios monómeros que tienen una secuencia desordenada a lo largo de la cadena polimérica.
 - Copolímeros alternados: copolímero formado por varios monómeros que tienen una secuencia ordenada a lo largo de la cadena polimérica.
 - Copolímeros en bloque: copolímero formado por varios monómeros donde cada uno tiene una secuencia homogénea y unida a la del siguiente.
 - Copolímeros de injerto: Copolímero formado por varios monómeros donde uno de ellos forma la cadena principal y los demás están unidos a ella como ramificaciones.

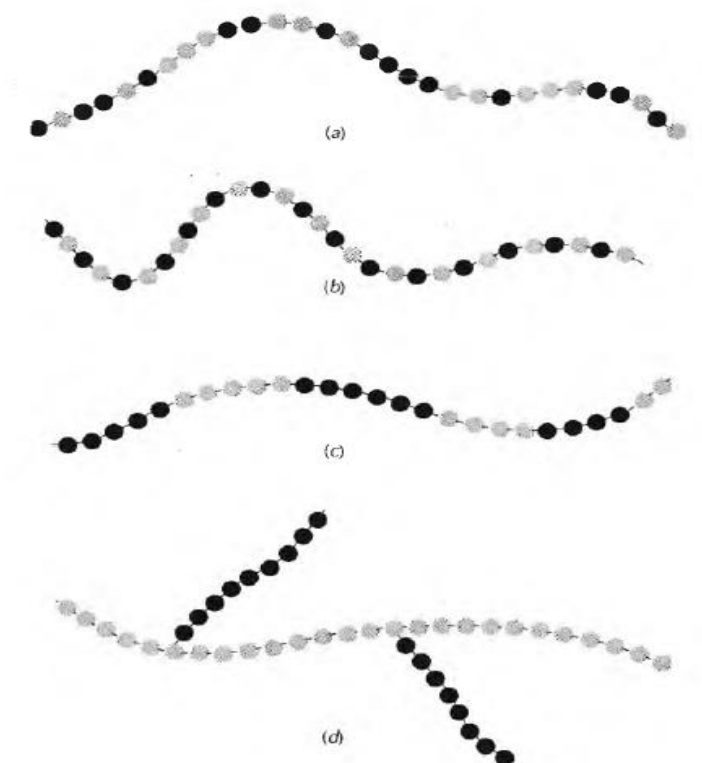


Imagen 4. Copolímeros con dos monómeros: a) al azar; b) alternado; c) en bloque; d) de injerto (Fuente: [6])

3.1.2. Estructura.

Las propiedades físicas de los polímeros no solo dependen del orden de unión de sus unidades monoméricas, sino también de la forma estructural que tiene su cadena. Gracias a las técnicas de síntesis podemos crear diferentes tipos de estructura. Los diferentes tipos de estructura son los siguientes: [6]

- **Polímero lineal:** polímero en el que las unidades monoméricas se unen una tras otra formando cadenas sencillas. Estas cadenas son largas, con mucha flexibilidad y enlazadas mediante fuerzas de Van Der Waals. Un ejemplo de polímero lineal es el polietileno (Imagen 3).
- **Polímero ramificado:** son esos polímeros donde su cadena principal tiene otras cadenas secundarias conectadas lateralmente a la principal. Las ramas generadas se debe a reacciones puntuales que ocurren durante la formación del polímero. Que el polímero tenga ramificaciones genera una eficacia mayor del empaquetamiento provocando una disminución de la densidad.
- **Polímeros entrecruzados:** estos polímeros están formados por varias cadenas lineales adyacentes unidas transversalmente en varias posiciones mediante enlaces covalentes. El entrecruzamiento se lleva a cabo en el momento de la síntesis polimérica o mediante

reacciones químicas irreversibles realizadas a altas temperaturas. Un ejemplo de polímeros entrecruzados son muchos materiales elásticos como ahora el caucho.

- **Polímeros reticulados:** polímeros que forman redes tridimensionales debido a que las unidades monoméricas tienen tres enlaces covalentes activos (trifuncionales), en lugar de las cadenas lineales que solo tienen dos (bifuncionales). Estos materiales tienen propiedades mecánicas y térmicas concretas. Un ejemplo de reticulado son los fenol-fomaldehidos.

Hay que añadir que varios polímeros pertenecen a varios grupos, por ejemplo un polímero lineal puede tener un número limitado de ramificaciones o de entrecruzamientos.

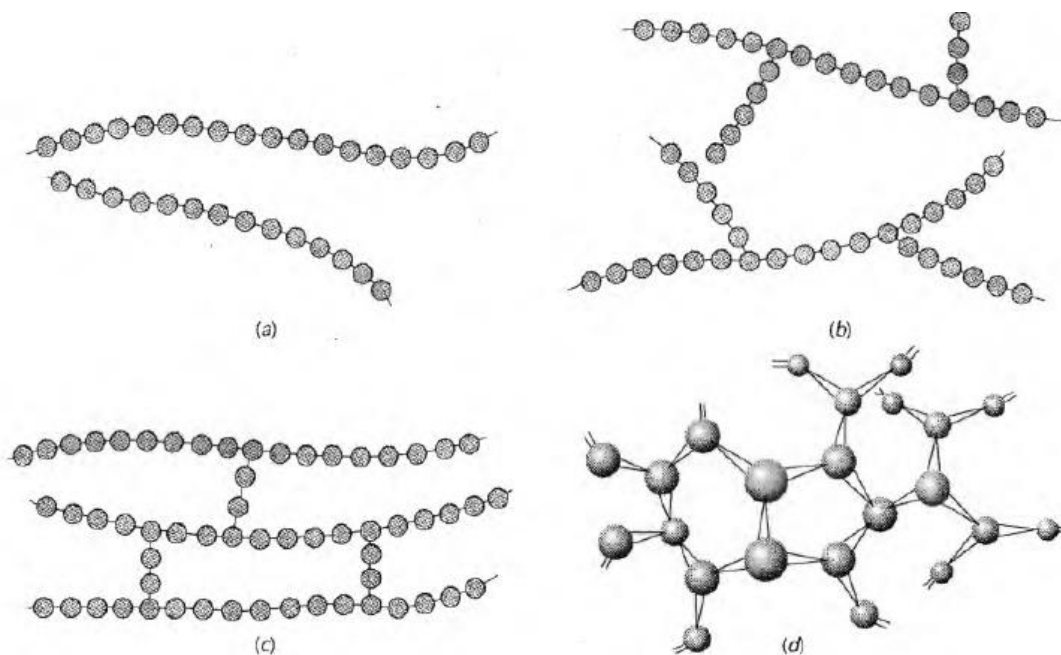


Imagen 5. Polímero según su estructura: a) lineal; b) ramificado; c) entrecruzado; d) reticulado. (Fuente: [6])

3.1.3. Configuración molecular.

Los polímeros tienen varios átomos o radicales unidos a la cadena principal, según la posición y la simetría de cada uno repercute en las propiedades físicas del polímero. La estereoisomería hace referencia a la posición que tienen los átomos enlazados en el mismo orden pero con diferente disposición espacial. Hay tres tipos de estereoisomería:

- **Isotáctica:** donde todos los grupos R están situados en el mismo lado de la cadena siguiendo el mismo orden espacial.

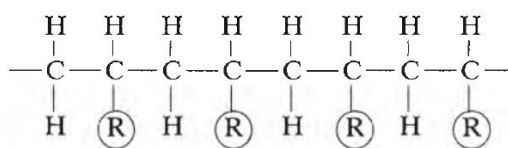


Imagen 6. Polímero con estereoisomería isotáctica. (Fuente:[6])

- **Sindiotáctica:** donde los grupos R siguen el mismo orden espacial pero van alternado las posiciones en la cadena.

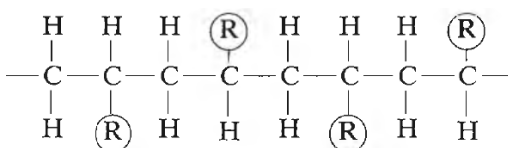


Imagen 7. Polímero con estereoisomería sindiotáctica. (Fuente:[6])

- **Atáctica:** donde los grupos R están colocados aleatoriamente.

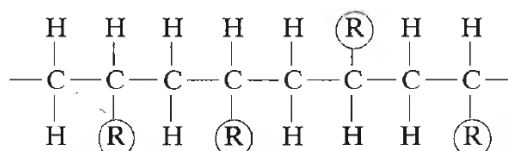


Imagen 8. Polímero con estereoisomería atáctica. (Fuente: [6])

3.1.4. Isomería geométrica.

Las cadenas monoméricas que están constituidas por dobles enlaces presentan otro tipo de variación estructural, la isomería geométrica, que consiste en si la posición de los átomos enlazados a los carbonos están en los mismos lados o si está cada uno en un lado.

- **Cis:** los radicales están en el mismo lado.

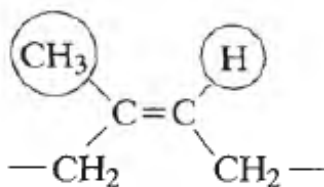


Imagen 9. Polímero con isomería cis. (Fuente:[6])

- **Trans:** los radicales están en lados distintos.

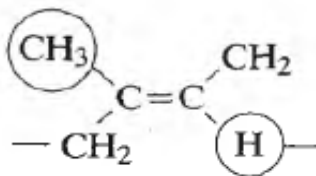


Imagen 10. Polímero con isomería trans. (Fuente: [6])

3.2. Polímeros conductores.

Como hemos visto en el apartado anterior, hay diferentes tipos de polímeros debido a su estructura, ya sea por la forma de su cadena o por su configuración molecular. Esto genera que sus propiedades físicas sean diferentes y haya polímeros destinados para ciertas finalidades. Por ejemplo, hay polímeros más elásticos, otros más resistentes a altas temperaturas y otros con finalidad aislante como a la electricidad. En este trabajo hemos utilizado polímeros afines a la electricidad, es decir, que sean buenos conductores.

Los polímeros conductores, también conocidos como metales sintéticos, son aquellos que son buenos conductores eléctricos tanto como algunos metales como el cobre y la plata. Estos polímeros, aparte de tener una gran flexibilidad, tienen grandes propiedades eléctricas, mecánicas y ópticas haciendo que sean buenos materiales para la electrónica y la nanotecnología. [10]

3.2.1. Historia.

A principios de la década de los 70, un estudiante japonés llamado Hyung Chick Pyun alumno de Hideki Shirawaka (su profesor), que por esa época era investigador en el Instituto Tecnológico de Tokio, estaba realizando la síntesis del poliacetileno a partir del acetileno cuando obtuvo un resultado inusual. El resultado de la síntesis fue una película lustrosa, parecida al aluminio pero al mismo tiempo flexible como el plástico de embalar, en lugar del polvo oscuro y opaco característico del poliacetileno. A parte, el producto obtenido tenía una conductividad muy elevada con respecto al poliacetileno.

Revisando el experimento, se dio cuenta de que había cometido un error. Había añadido mil veces más de catalizador en la polimerización que en vez de aumentar la velocidad de la reacción generó importantes cambios en la estructura del polímero. Este error hizo que Shirakawa solo se enfocara en los polímeros conductores.

En 1977, Hideki Shirawaka junto a Alan G. MacDiarmid y Alan J. Heeger, que también estaban estudiando los polímeros conductores, dieron a conocer el descubrimientos en relación a las propiedades conductoras en algunos polímeros. Su contribución fue recompensada con el premio Nóbel de Química en el año 2000 por el descubrimiento y desarrollo de polímeros conductores. [8]

3.2.2. Síntesis.

La síntesis de los polímeros conductores se basa en la adición de un reactivo químico que oxida (o reduce según el reactivo) el polímero generando la libre circulación de electrones ya que al provocarle una carga al sistema la conducción eléctrica incrementa. Este proceso tiene el nombre de dopaje y existen dos métodos principales basados en la oxidación-reducción.

- **Dopaje Químico:** consiste en hacer reaccionar un polímero con un oxidante o con un reductor, en este caso con metales alcalinos. Este proceso consiste en hacer reaccionar una solución del monómero con una molécula la cual hace que el monómero se oxide y precipite.
- **Dopaje Electrónico:** utilizando un electrodo recubierto del polímero, lo sumergimos en una solución en la que el polímero es insoluble. Aplicamos un voltaje generando que haya movimiento de iones y que se peguen en el polímero tratado. Esto genera que la banda del polímero tenga un exceso o defecto de electrones. En nuestro caso hemos utilizado este método de síntesis para los polímeros en configuración multicapa. [9]

3.2.3. Clasificación.

Los polímeros conductores están agrupados en unos pequeños grupos de polímeros y en sus derivados, ya que no todos los polímeros tienen las mismas propiedades. Estos grupos son los siguientes: policateileno, polipirrol, políiofeno y polianilina.

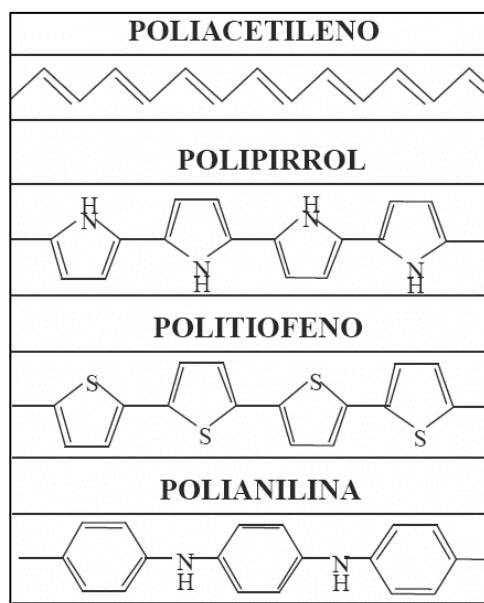


Imagen 11. Polímeros conductores: (Fuente: [10])

En este experimento utilizamos el polímero PEDOT, que pertenece al grupo del politiofeno y el PNMePy que es un derivado del polipirrol.

4. Material y reactivos.

Para llevar a cabo este trabajo, ha sido necesario realizar experimentos en el laboratorio para poder encontrar el polímero con configuración multicapas más adecuado para la función de supercapacitor. Para ello he utilizado material y reactivos específicos del laboratorio 2.13 del edificio I del campus de la EEBE.

4.1. Material.

Este experimento consiste en la síntesis de polímeros en electrodos de acero a partir del dopaje eléctrico. Por tanto, utilizaremos material específico de electroquímica como el potencióstato, instrumental de laboratorio para poder realizar las soluciones previas como matraces y material para montar un circuito.

4.1.1. Material de electroquímica

- **Potenciostato:** un aparato electrónico con el que realizamos la electrogeneración del polímero y aplicamos las pruebas experimentales (CP y CV). Este tiene 4 cables para poder conectarlo en la muestra a analizar: tierra, electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia.

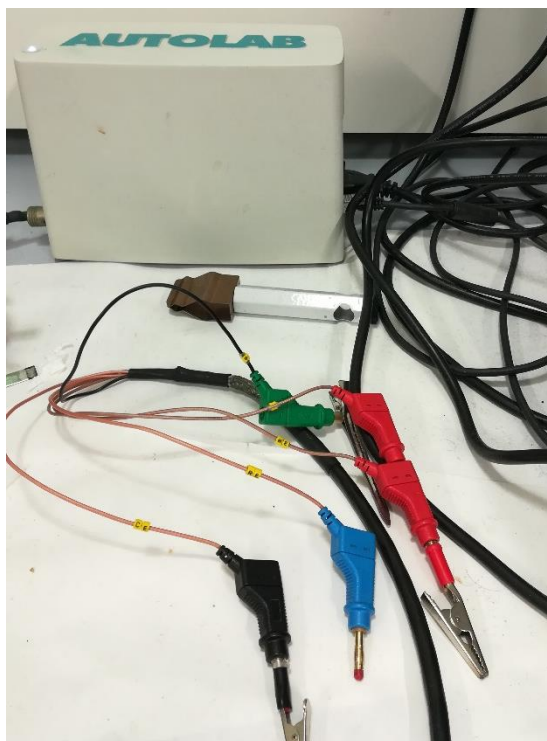


Imagen 12. Potenciostato con sus cuatro conexiones: verde (tierra), azul (RE), negro (CE) y rojo (WE). (Fuente: propia)

- **Ordenador:** utilizamos un ordenador para mandar órdenes al potenciostato a través del programa NOVA 2.1. Con este programa especializado en electroquímica, realizaremos todas las operaciones electrolíticas.
- **Celda de 5 bocas:** un instrumento de laboratorio de vidrio el cual tiene 5 bocas para poder introducir los electrodos para realizar el montaje del experimento y llevarlo a cabo. Estas celdas, tienen un encamisado para introducir agua como refrigerador (aunque en este trabajo no lo utilizaremos). Hay de dos tipos: con vidrio transparente o con vidrio de color topacio, para disoluciones sensibles a la luz.



Imagen 13. Celda de 5bocas con una disolución en su interior. (Fuente: propia)

- **Electrodo de trabajo y contraelectrodo:** tanto para el electrodo de trabajo (WE) como el contra electrodo (CE) utilizamos una placa de acero AISI de dimensiones 15 x 1 cm. Utilizamos estas placas para la electrogeneración de los polímeros, dos en este caso, uno como ánodo para que el polímero se genere encima de él (WE) y otro como cátodo (CE).



Imagen 14. Electrodo de acero. (Fuente: propia)

- **Electrodo de referencia:** utilizamos un electrodo de plata-cloruro de plata con una solución saturada de KCl con un potencial en su interior de $E^\circ = 0,2100 \text{ V}$ a 25°C . Con este electrodo, lo utilizamos de referencia para medir el diferencial de potencial que se genera en la

disolución. Tanto la plata-cloruro de plata como la solución de KCl, no intervienen con la disolución ni a la hora de la electrogeneración.



Imagen 15. Electrodo de referencia con pinza para la conexión con el potenciostato. (Fuente: propia).

- **Teflón:** utilizamos este polímero para delimitar el área del electrodo de trabajo que queremos utilizar para el experimento, ya que el teflón no reacciona con la disolución y es un aislante eléctrico, perfecto para tener un área limitada.



Imagen 16. Rollo de teflón. (Fuente: propia)

4.1.2. Instrumental de laboratorio.

- Matraz aforado de 50 mL.
- Matraz aforado de 100 mL.
- Tapones de goma.
- Tapones de goma con un agujero (para introducir el electrodo).
- Pipeta Pasteur de plástico.
- Pipeta Pasteur de vidrio.
- Embudo alemán.
- Espátula.
- Vasos de precipitado.
- Embudo pesasubstancias.
- Balanza analítica.
- Parafilm.
- Tijeras.

- Tubo de goma.

4.1.3. Material circuito eléctrico.

- Fuente de energía.
- Cables de unión.
- Resistencia de 10000 Ω .
- Resistencia de 1000 Ω .
- Amperímetro.
- Voltímetro.
- LED.

4.2. Reactivos.

En este punto se explican que materiales se han utilizado en la realización del trabajo, sus propiedades y peligros están explicados en el anexo de fichas de seguridad.

- 3,4- etilenodioxitiofeno (EDOT).
- N-metilpirrol (NMePy).
- Perclorato de litio.
- Acetonitrilo.
- Cloruro sódico.
- Cloruro potásico.
- Etanol.
- Acetona.
- Nitrógeno.
- Agua destilada.

5. Sustancias y técnicas de estudio.

A la hora de realizar este proyecto, hemos utilizado y realizado compuestos y técnicas de estudio poco comunes que no se suelen dar en las clases teóricas. Por eso, en este punto haremos una leve explicación tanto de los polímeros de estudio como de las técnicas.

5.1. Polímeros de estudio.

En este punto haremos una ligera explicación de los dos polímeros que utilizaremos para formar los polímeros en configuración multicapa: PEDOT y un copolímero formado por PEDOT Y PNMePy.

5.1.1. Poli-3,4- etilenodioxitiofeno (PEDOT).

PEDOT pertenece a la familia de los politiofeno y se sintetiza a partir del dopaje de su monómero EDOT con acetonitrilo y perclorato de litio. PEDOT es un polímero de color azul con olor característica con grandes propiedades eléctricas. Este polímero es el mejor polímero conductor caracterizado hasta la fecha, porque tiene una gran conductividad y una gran facilidad al dopaje, lo que proporciona una gran estabilidad molecular.

La parte negativa del PEDOT es que se descompone a temperaturas elevadas y la radiación ultravioleta. Para evitar eso, se suele mezclar con estabilizadores para detener la degradación. La principal aplicación de este polímero es de protección contra la corrosión de materiales.

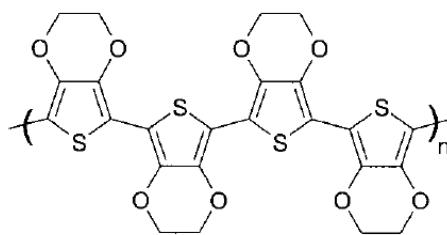


Imagen 17. Forma molecular PEDOT. (Fuente:[16])

5.1.2. Copolímero (COP).

Este copolímero (COP) es una mezcla de poli-3,4- etilenodioxitiofeno (PEDOT) y poli-N-metilpirrol (PNMePy), ambos sintetizados en una misma disolución. A partir de sus monómeros, con diferentes concentraciones y en una solución de acetonitrilo con perclorato de litio se sintetiza el COP.

La principal característica del COP es que es muy buen conductor y tiene una gran estabilidad. En estudios anteriores, se ha demostrado que cuanto mayor es la concentración de PNMPy en el COP la conductividad disminuye, hasta el punto de tener menor estabilidad electroquímica que los homopolímeros (PEDOT y PNMPy por separado). [2][3]

5.2. Técnicas de estudio.

En la busca del mejor polímero en configuración multicapa con la finalidad de un supercapacitor, hay que ponerlo a prueba para ver si cumple las condiciones necesarias para serlo. Para ello, sumergimos los polímeros en una disolución de perclorato de litio más acetonitrilo y realizamos una cronopotenciometría y una ciclovoltometría.

Al final de realizar estas pruebas y ver que configuraciones son las más idóneas, cogemos estas configuraciones y montamos una pila electrolítica para cargar los electrodos con los polímeros y ver cuál de ellos es mejor supercapacitor.

5.2.1. Cronopotenciometría (CP).

La cronopotenciometría es un método potenciométrico en el cual se relaciona el tiempo de electrólisis de una muestra, a intensidad constante, con la concentración de la misma. Se representa el potencial respecto al tiempo, obteniendo una curva con tantos saltos de potencial como especies se hayan electrolizado. [14]

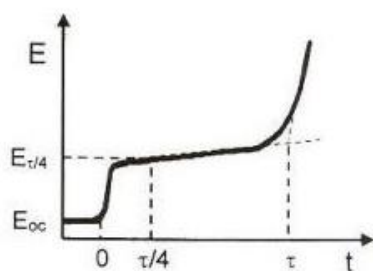


Imagen 18. Gráfico de una cronopotenciometría E vs t . (Fuente: [15])

Realizamos la cronopotenciometría para observar que polímero de configuración en capa tiene menor salto de potencial y si después se mantiene la carga constante durante todo el tiempo aplicado. Utilizamos el programa NOVA 2.1 con el potencióstato e introducimos el valor de la intensidad aplicada, 1mA y el tiempo de duración, 1000s.

La introducción en el NOVA 2.1 es la siguiente:

Procediment: *Chrono potentiometry* ($\Delta t > 1ms$)

Apply: 1 mA.

Record signals:

- a) Sampler → Select the options WE (1).Current, WE (1).Potential, WE (1).Charge.
- b) Plots → Select the plots Q vs t and E vs t.

También utilizamos este proceso para electrogenerar las capas de los polímeros. Realizamos el mismo programa en el NOVA 2.1 y le ponemos que cuando Q llegue a 0,55 C el programa se detenga.

5.2.2. Ciclovoltometria (CV).

Una ciclovoltometria es una técnica que se basa en aplicar un barrido de potencial al electrodo de trabajo tanto en el sentido directo como en el inverso, también conocido como un barrido triangular de potencial. Este programa de potencial se inicia desde un valor inicial (E_i) hasta un valor de corte (E_f). Esta técnica es usada para estudios de procesos redox, mecanismos de reacción y propiedades electrocatalíticas.

La ciclovoltometria se caracteriza por la velocidad de barrido, también conocido como la pendiente de la variación de potencial. Que el barrido haya comenzado en E_i no significa que tenga que acabar con el mismo potencial. Existen tres valores de potencial: potencial inicial (E_o), potencial de corte anódico (E_a) y el potencial de corte catódico (E_c).

El barrido inicia en E_o en sentido anódico hasta alcanzar el E_a . Después el barrido cambia a sentido catódico hasta llegar al E_c , el cual puede coincidir con el E_o . Una vez acabado el ciclo, se repite las veces que sean necesarias. [16]

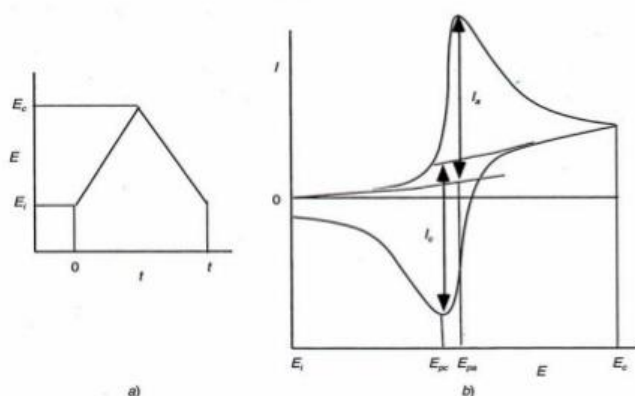


Imagen 19. Gráficos ciclovoltametría. a) barrido triangular. b) i vs E . (Fuente: [14])

Realizamos la ciclovoltmetría para comprobar que polímero de configuración de capa es más estable y tiene menos pérdidas al aplicarle los ciclos de oxidación y reducción. Utilizamos el programa NOVA 2.1 con el potenciostato e introducimos el $E_0 = -0,49$ V; el $E_a = 1,8$ V; el $E_c = -0,5$ V y el $E_f = -0,49$ V.

La introducción en el NOVA es la siguiente:

Procediment: *Cyclic voltammetry potentiostatic*.

Autolab Control → Current Range: 1 mA.

Apply: -0,49 V.

Start Potential: -0,49 V.

Upper Vertex: 1,8 V.

Lower Vertex: -0,5 V.

Stop Potential: -0,49 V.

Number of scans: 50.

Step: 0,01.

Record Signals:

- a) Sampler → Select WE(1). Current, WE(1). Potential, WE(1). Charge and Time.
- b) Plots → Select the plots i vs E , i vs t and Q vs t .

Cuando hacemos una disolución nueva de PEDOT o COP, tenemos que comprobar a ver si está bien hecha para no tener problemas a la hora de electrogenerar. Para ello realizamos una CV de control de 1 ciclo para comprobar que no hay anomalías en la muestra.

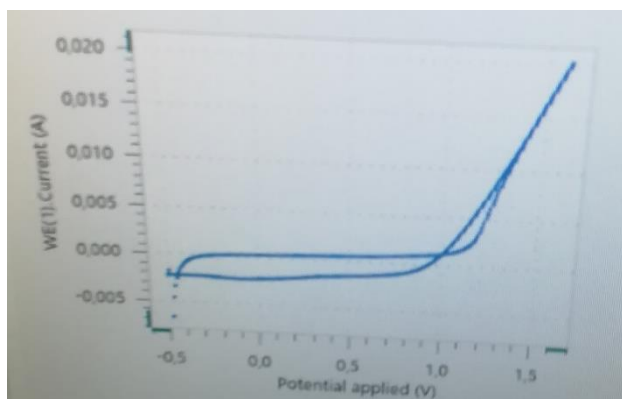


Imagen 20. Gráfico CV de control i vs E . (Fuente: propia).

5.2.3. Pila electrolítica.

Una vez hemos realizado las CP y las CV a todos los posibles polímeros con configuración en capa, las mejores de ellas, las utilizaremos como pila electroquímica para realizarles la prueba de supercapacitores. Montaremos dos celdas de 5 bloques y las conectaremos en serie donde las conectaremos a una fuente de energía y a una resistencia de $10000\ \Omega$, para que el crecimiento sea a una velocidad medible y no sobrecalentar las disoluciones.

Vamos tomando medidas de voltaje cada cierto tiempo hasta que veamos que apenas hay crecimiento de potencial. Después conectamos la pila a un LED y miramos cuánto tiempo está encendido. Repetimos este proceso varias veces para observar su evolución.

Al final realizamos varios ciclos (6-7 ciclos) de carga-descarga y apuntando su evolución. Para realizar la descarga, conectamos la pila a una resistencia de $1000\ \Omega$ y así obtenemos una descarga a una velocidad medible y en principio lineal.

Para realizar el montaje de la pila, conectamos la fuente de alimentación a las celdas de 5 bocas, las celdas las conectamos en serie entre ellas para después unir las a la resistencia de $10000\ \Omega$ y esta con la fuente de alimentación. Para llevar un control en el circuito, colocamos un voltímetro en paralelo entre las celdas y un amperímetro después de la resistencia para asegurarnos de que aplicamos el potencial adecuado.



Imagen 21. Montaje de la pila electrolítica. (Fuente: propia).

6. Desarrollo experimental.

Este punto explicamos toda la parte realizada en el laboratorio, tanto el material utilizado como un diagrama de flujo de su procedimiento. El desarrollo experimental lo podemos dividir en cuatro grandes bloques: la preparación de las disoluciones, la preparación de los electrodos, la síntesis de los polímeros y la realización de las técnicas de estudio.

6.1. Preparación de disoluciones.

6.1.1. Preparación de 50 mL de PEDOT.

La disolución PEDOT es una solución incolora con un olor característico. A medida que se usa en la generación de capas de PEDOT, la muestra va cambiando de color a violeta. Cada disolución de PEDOT solo se puede utilizar 2000s para generar capas de polímeros, una vez ha pasado ese tiempo la disolución queda inservible porque las capas poliméricas salen defectuosas e inútiles para nuestro trabajo.



Imagen 22. Disolución PEDOT. (Fuente: propia).

- Material y reactivos.

Material	Reactivos
1 Matraz aforado de 50 mL con su tapón 1 Embudo Pesasustancias 1 Vaso de precipitado 2 Pipetas Pasteur de plástico 1 Embudo alemán 1 Espátula 1 balanza analítica Parafilm	EDOT al 97% (0,071g) Perclorato de litio al 99% secado (0,534 g) Acetonitrilo al 99% (restante hasta enrasar matraz)

Tabla 1. Material y reactivos de la disolución PEDOT.

6.1.2. Preparación de 50 mL de COP.

La disolución COP es una solución incolora con olor característico que a medida que se va utilizando se oxida a un color amarillento. Como la disolución anterior, podemos utilizarla para generar capas poliméricas del COP durante 2000 s. Pasado ese tiempo, la disolución empieza a fallar y al utilizarla para la electrogeneración crearía capas defectuosas e inservibles para la realización de este trabajo.



Imagen 23. Disolución COP. (Fuente: propia)

- Material y reactivos.

Material	Reactivos
1 Matraz aforado de 50 mL con su tapón	EDOT al 97% (0,071 g)
1 Embudo Pesasustancias	NMePy al 99% (0,0202 g)
1 Vaso de precipitado	LiClO ₄ al 99% secado (0,534 g)
3 Pipetas Pasteur de plástico	Acetonitrilo al 99% (restante hasta enrasar matraz)
1 Embudo alemán	
1 Espátula	
1 balanza analítica	
Parafilm	

Tabla 2. Material y reactivos de la disolución COP

6.1.3. Preparación de 50 mL de disolución de acetonitrilo con perclorato de litio.

La disolución de acetonitrilo con perclorato es una solución incolora con olor característica. A medida de que se utiliza se empieza a oxidar y a oscurecer a un color grisáceo. La muestra se puede utilizar hasta que sea muy oscura o tenga impurezas en ella.



Imagen 24. Disolución perclorato de litio con acetonitrilo. (Fuente: propia).

- Material y reactivos.

Material	Reactivos
1 Matraz aforado de 50 mL con su tapón 1 Embudo Pesasustancias 1 Vaso de precipitado 1 Pipetas Pasteur de plástico 1 Embudo alemán 1 Espátula 1 balanza analítica Parafilm	LiClO ₄ al 99% secado (0,534 g) Acetonitrilo al 99% (restante hasta enrasar matraz)

Tabla 3. Material y reactivos de la disolución de perclorato de litio con acetonitrilo.

6.1.4. Preparación de 100 mL de disolución de NaCl al 20%.

La disolución NaCl es una solución incolora e inodora. Como su uso no es para ninguna función de electrólisis, se puede utilizar todas las veces que haga falta ya que no hay cambios en su concentración.



Imagen 25. Disolución NaCl %. (Fuente: propia).

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
1 Matraz aforado de 100 mL con su tapón	NaCl al 99% (20 g)
2 Vaso de precipitado	Agua destilada (restante hasta enrasar matraz)
1 Embudo alemán	
1 Espátula	
1 Pipeta Pasteur de plástico	
1 balanza analítica	
Parafilm	

Tabla 4. Material y reactivos de la disolución NaCl %.

6.2. Preparación de los electrodos.

Antes de realizar la electrogeneración de los polímeros en configuración multicapa, tenemos que preparar los electrodos de acero para que no haya posibles restos del anterior experimento en esos electrodos y para delimitar un área concreta en todos los electrodos para poder seguir un estudio de ello.

Prepararemos 5 electrodos, 4 (WE) y 1 (CE), para posteriormente realizar dos CP y dos CV de cada polímero. Solo los WE se les delimitan el área con teflón , 2 x 1 cm.

- Materiales y reactivos:

Material	Reactivos
Electrodos de acero	Etanol al 99%
Teflón	Acetona al 99%
1 Lápiz	Agua destilada
1 Regla	Agua del grifo
	Jabón

Tabla 5. Material y reactivos para la preparación de los electrodos.

- Diagrama de flujo:

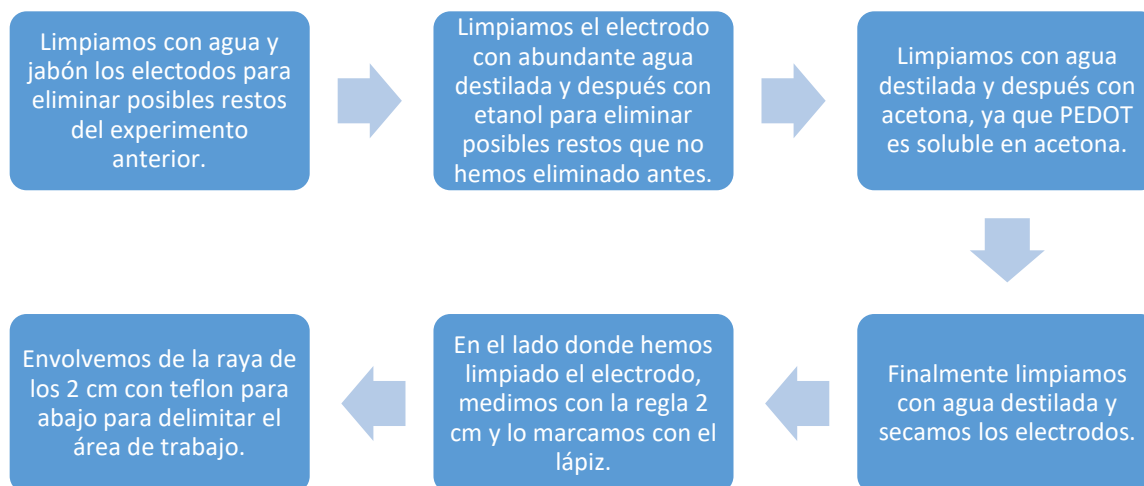


Figura 1. Diagrama de flujo de preparación de electrodos.

En el caso del RE, comprobamos si tiene suficiente disolución de KCL en su interior. En caso de que no, le introducimos KCL antes de comenzar con las actividades electroquímicas.

6.3. Preparación de polímeros.

6.3.1. Polímero PSCSP.

- Materiales y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato. Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 tubo de goma	Disolución de PEDOT Disolución de COP Disolución de NaCl 20% Nitrógeno

Tabla 6. Material y reactivos de la síntesis del polímero PSCSP.

- Diagrama de flujo:

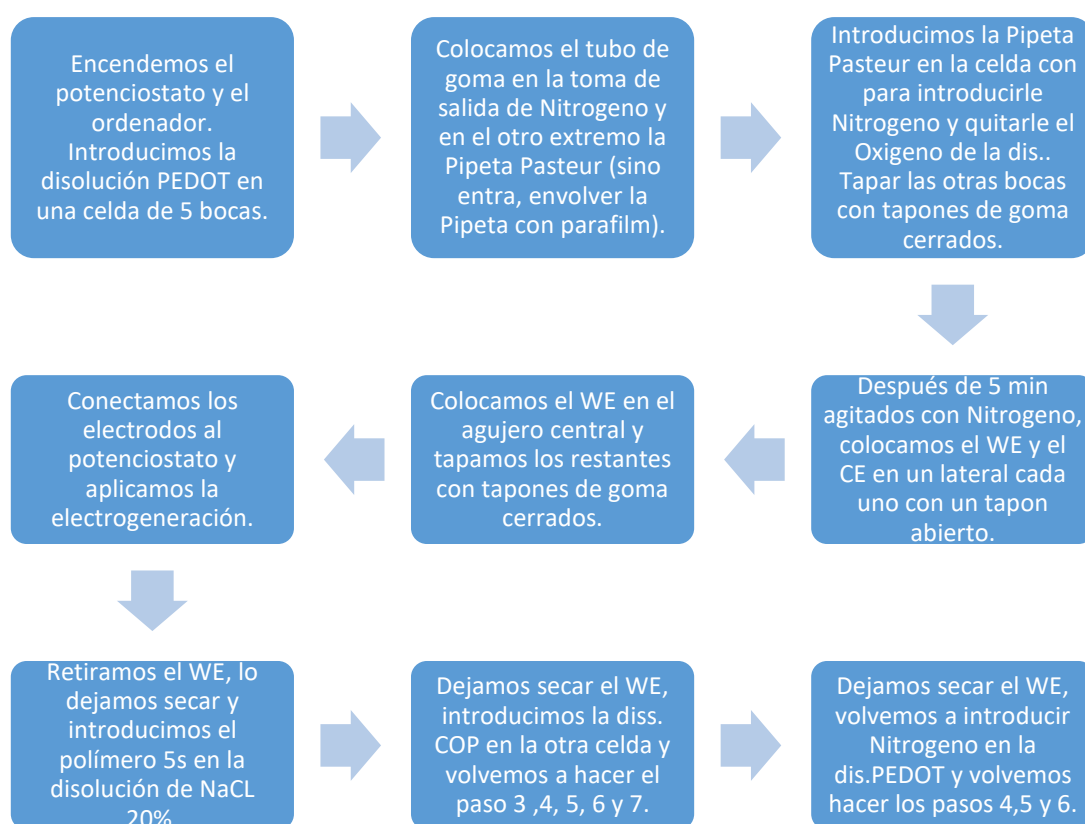


Figura 2. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PSCSP.

6.3.2. Polímero PpCpP.

- Material

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato. Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma 1 Vaso de precipitado	Disolución de PEDOT Disolución de COP Disolución de NaCl 20% Nitrógeno Agua destilada

Tabla 7. Material y reactivos de la síntesis del polímero PpCpP.

- Diagrama de flujo:

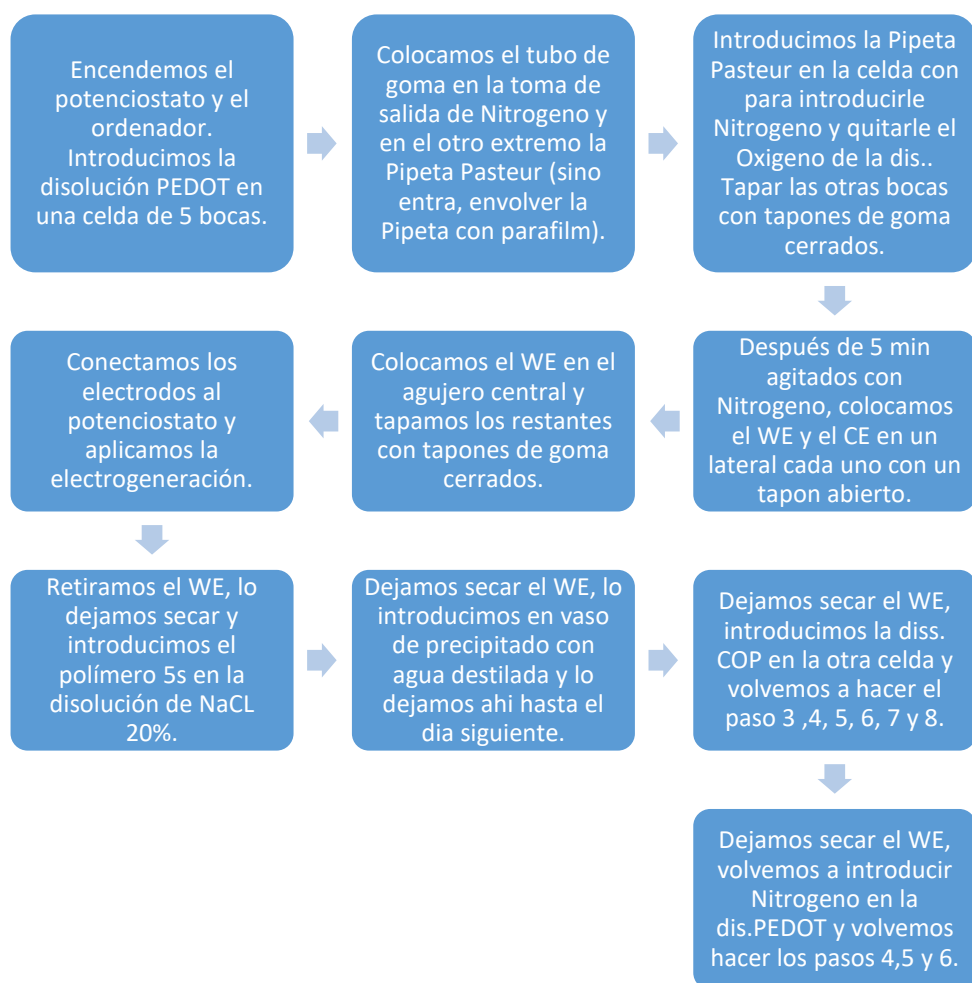


Figura 3. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PpCpP.

6.3.3. Polímero PSCSCSP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	Disolución de PEDOT Disolución de COP Disolución de NaCl 20% Nitrógeno

Tabla 8. Material y reactivos de la síntesis del polímero PSCSCSP.

- Diagrama de flujo:

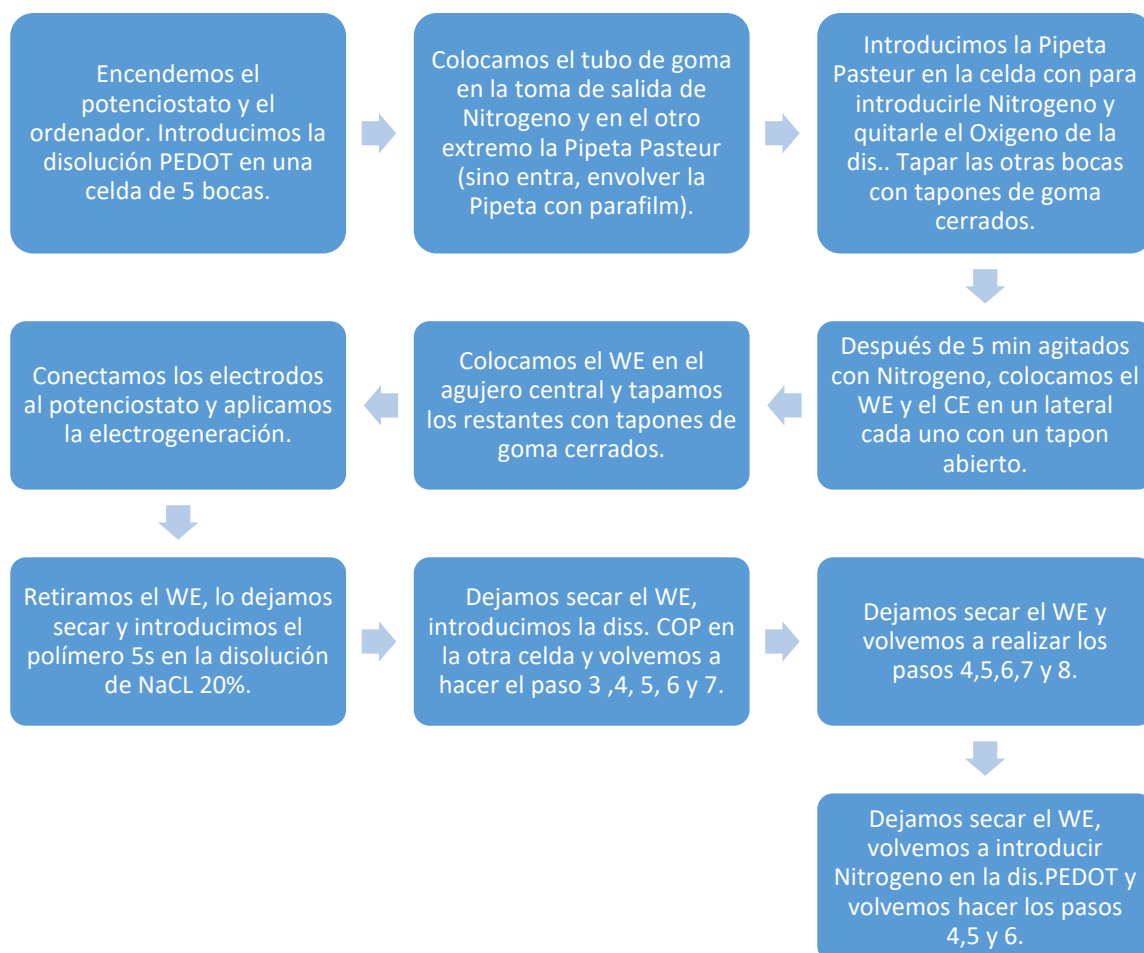


Figura 4. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PSCSCSP.

6.3.4. Polímero PpCpCpP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma 1 Vaso de precipitado	Disolución de PEDOT Disolución de COP Disolución de NaCl 20% Nitrógeno Agua destilada

Tabla 9. Material y reactivos de la síntesis del polímero PpCpCpP.

- Diagrama de flujo:

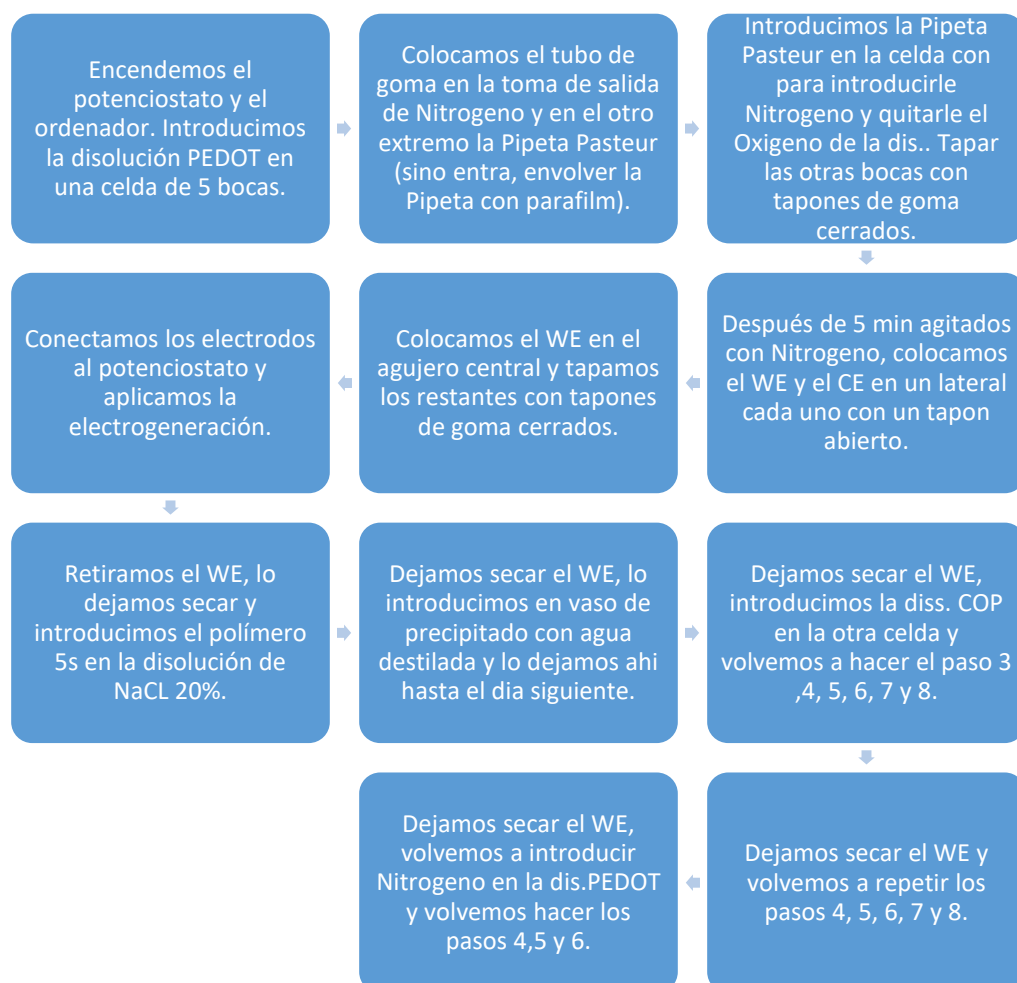


Figura 5. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PpCpCpP.

6.3.5. Polímero PP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 1 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	Disolución de PEDOT Nitrógeno

Tabla 10. Material y reactivos de la síntesis del polímero PP.

- Diagrama de flujo:

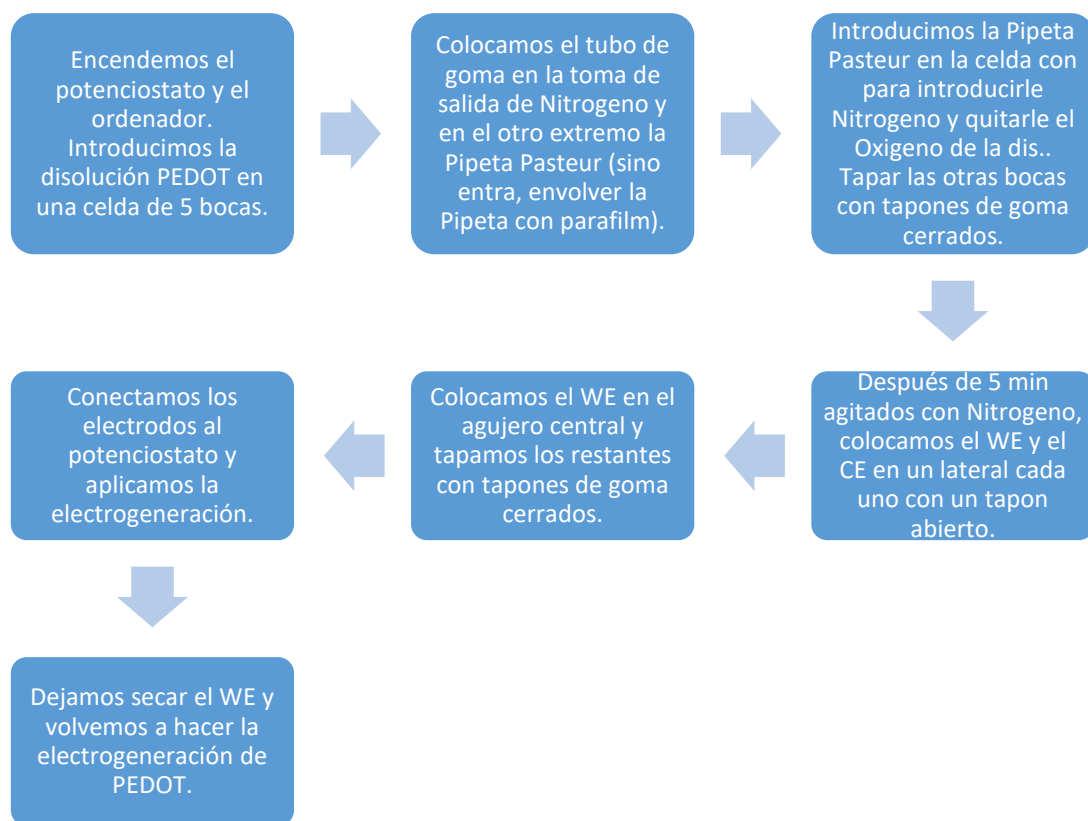


Figura 6. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PP.

6.3.6. Polímero PCP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	Disolución de PEDOT Disolución de COP Nitrógeno

Tabla 11. Material y reactivos de la síntesis del polímero PCP.

- Diagrama de flujo:

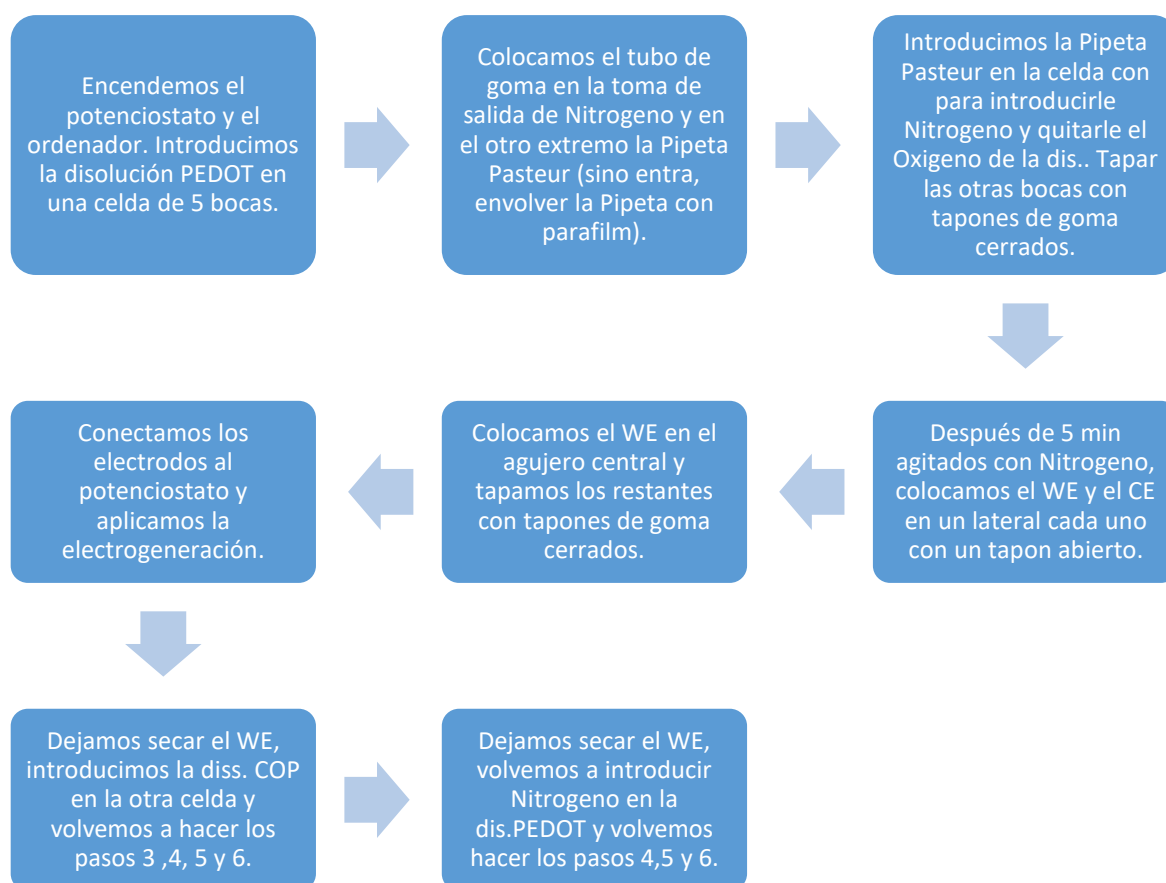


Figura 7. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PCP.

6.3.7. Polímero PCCP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	Disolución de PEDOT Disolución de COP Nitrógeno

Tabla 12. Material y reactivos de la síntesis del polímero PCCP.

- Diagrama de flujo:

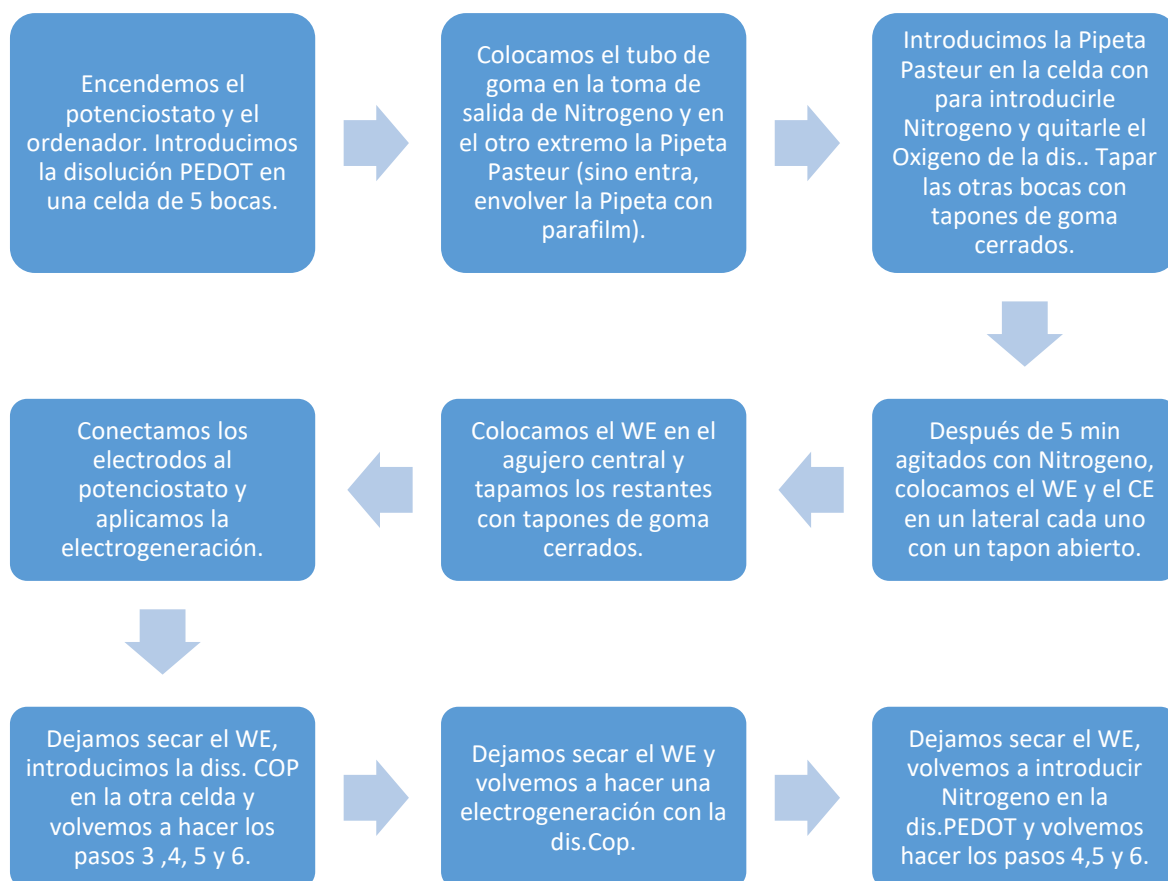


Figura 8. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PCCP.

6.3.8. Polímero PpP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma 1 Vaso de precipitado	Disolución de PEDOT Disolución de NaCl 20% Nitrógeno Agua destilada

Tabla 13. Material y reactivos de la síntesis del polímero PpP.

- Diagrama de flujo:

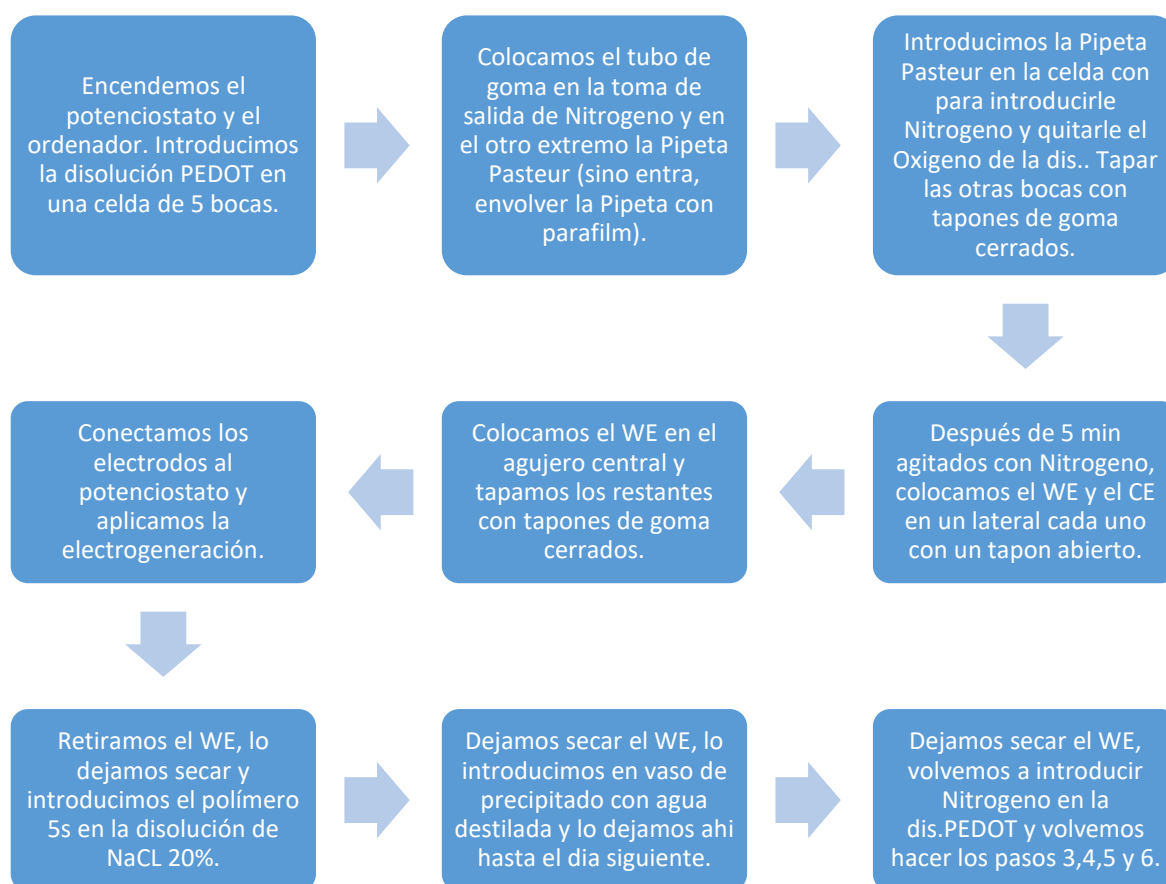


Figura 9. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PpP.

6.3.9. Polímero PCpCP.

- Material y reactivos:

Material	Reactivos
2 Electrodos de acero (1 WE + 1 CE). 2 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma 1 vaso de Precipitado	Disolución de PEDOT Disolución de COP Disolución de NaCl al 20% Nitrógeno Agua destilada

Tabla 14. Material y reactivos de la síntesis del polímero PCpCP.

- Diagrama de flujo:

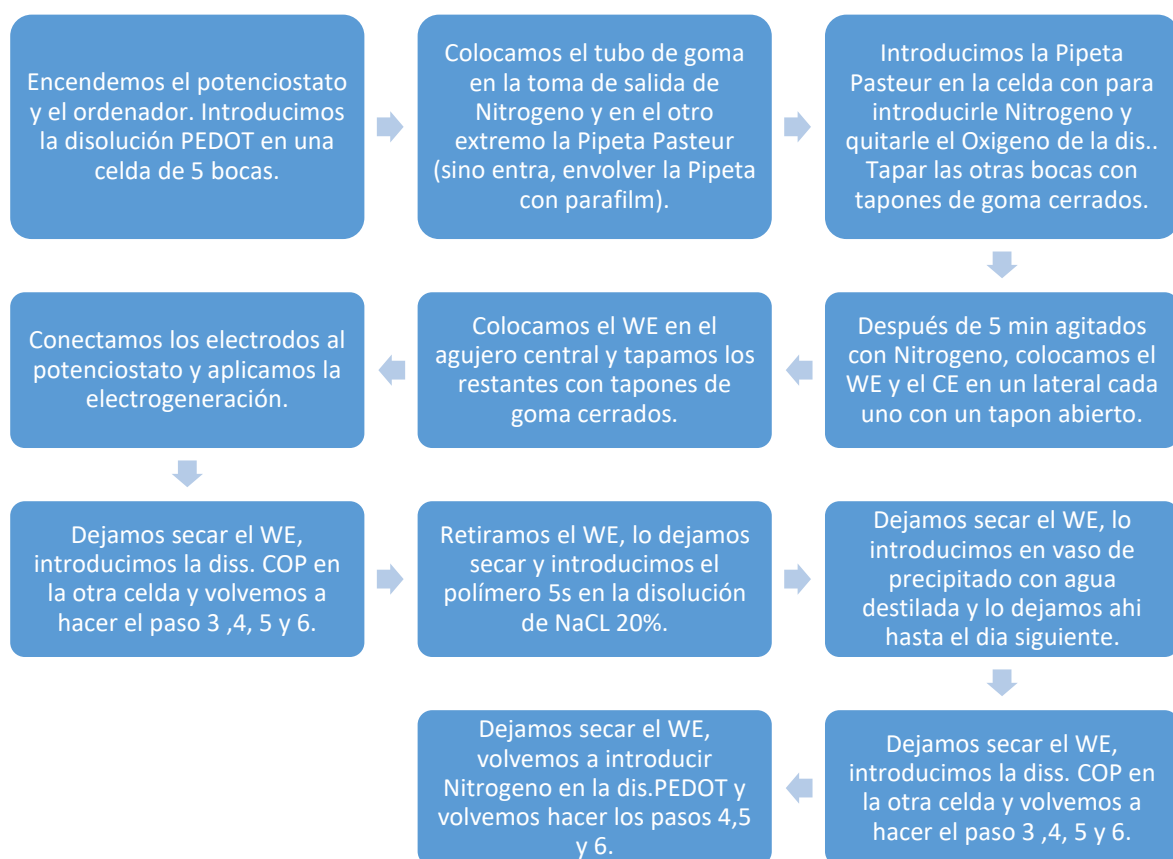


Figura 10. Diagrama de flujo de la síntesis del polímero PCpCP.

6.4. Aplicación de las técnicas de estudio.

6.4.1. CP.

- Material y reactivos.

Material	Reactivos
1 Electrodo de acero (CE). 1 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	1 Electrodo con polímero (WE). Disolución de LiClO_4 + Acetonitrilo Nitrógeno

Tabla 15. Material y reactivos para la ejecución de la CP.

- Diagrama de flujo.

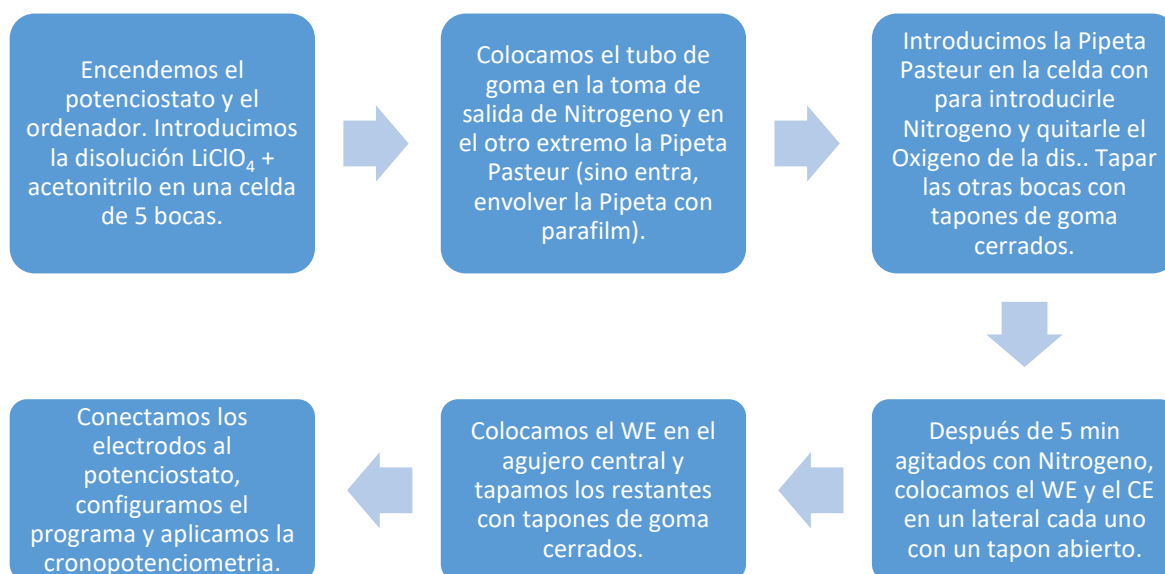


Figura 11. Diagrama de flujo de la realización de la CP.

6.4.2. CV.

- Material y reactivos

Material	Reactivos
1 Electrodo de acero (CE). 1 Celdas de 5 bocas. Potenciostato y Ordenador 6 Tapones de goma (2 abierto y 4 cerrados). 1 RE 1 Pipeta Pasteur de cristal 1 Tubo de goma	1 Electrodo con polímero (WE). Disolución de LiClO_4 + Acetonitrilo Nitrógeno

Tabla 16. Material y reactivos para la ejecución de la CV.

- Diagrama de flujo.

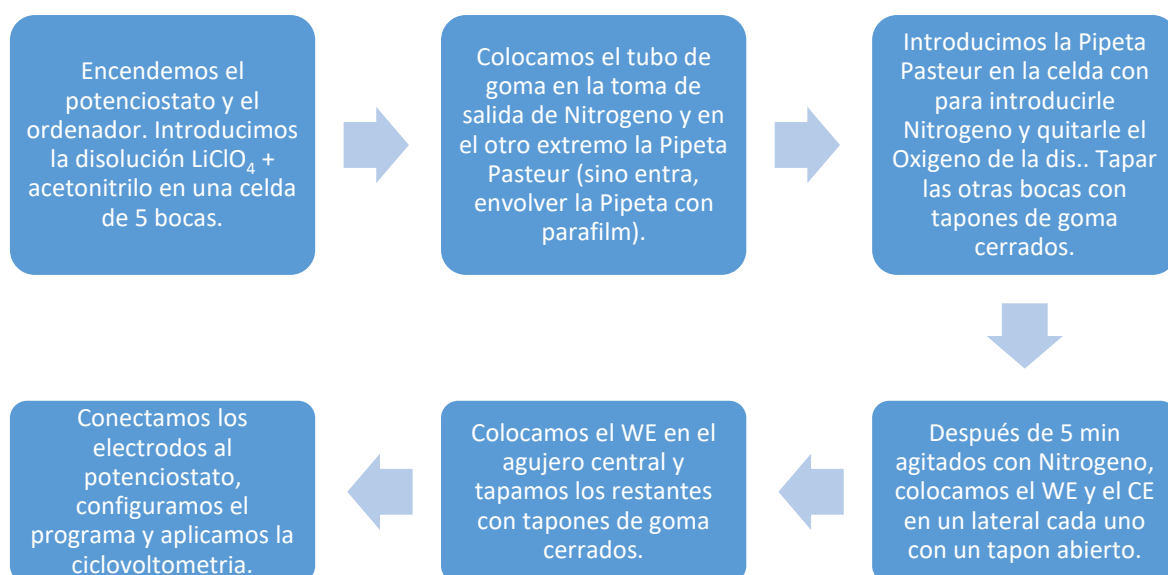


Figura 12. Diagrama de flujo de la realización de la CV.

6.4.3. Pila electrolítica.

La preparación de electrodos para la pila electrolítica es un poco distinta que para la CP y la CV. El área de trabajo de los electrodos es 3 x 1 cm y la carga de electrogeneración es de 750 mC.

- Material y reactivos.

Material	Reactivos
2 Celdas de 5 bocas. 10 Tapones de goma (4 abierto y 6 cerrados). 1 Fuente de alimentación. 1 Voltímetro. 1 Amperímetro. Cables para montar el circuito. 1 LED. 1 Resistencia de 1000 y 10000 Ω	4 Electrodo con polímero. 2 disoluciones de LiClO_4 + Acetonitrilo

Tabla 17. Material y reactivos de la pila electrolítica.

- Diagrama de flujo.

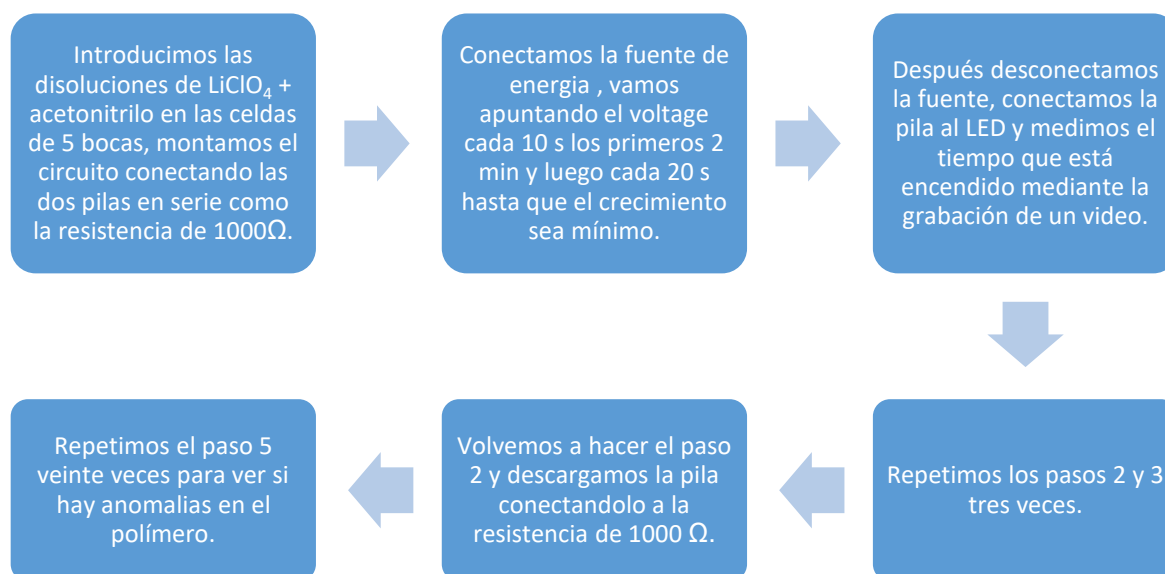


Figura 13. Diagrama de flujo de la pila electrolítica.

7. Cálculos realizados.

Después de haber realizado las CP y CV de todas las configuraciones poliméricas, nos disponemos a realizar dos cálculos para decidir que configuración es la más idónea para desarrollar la función de supercapacitor.

7.1. LEA.

LEA (less of electrostability) es un cálculo realizado con las cargas positivas obtenidas por la CV donde se comprueba el tanto por ciento de electroestabilidad que ha perdido el polímero por cada ciclo de oxidación-reducción realizado. La ecuación de obtención del LEA es la siguiente:

$$LEA[\%] = \frac{\Delta Q}{Q_2} = \frac{Q_2 - Q_n}{Q_2} \times 100 \quad (\text{Eq. 1.1})$$

* Q_n = Carga del ciclo n

* Q_2 = Carga del ciclo 2

Calculamos el LEA cada 5 ciclos y observamos la evolución que tiene la electroestabilidad del polímero a medida que se realizan los ciclos. Después expresamos los resultados en un gráfico LEA vs nº de ciclos para ver una representación gráfica de su electroestabilidad.

7.2. SC.

SC (specific capacitance) es un cálculo realizado a partir de las cargas positivas obtenidas en la CV para calcular la capacitancia específica que tiene el polímero en cada ciclo de oxidación-reducción, aunque solo nos basta el ciclo 2 y el 50 para ver la evolución del polímero durante la CV. La ecuación de cálculo de la SC es la siguiente:

$$SC\left[\frac{F}{g}\right] = \frac{Q_n}{Q_{gen} \cdot \Delta V \cdot \text{current productivity}} \quad (\text{Eq. 1.2})$$

* Q_n = Carga del ciclo n.

* Q_{gen} = Carga utilizada en la generación del polímero.

* ΔV = Intervalo de barrido: la diferencia entre E_a y E_c .

* *current productivity* = masa en carga del polímero de la capa exterior.

En este proyecto, la carga de generación de todas las capas de los polímeros ha sido de 0,55C. El E_a utilizado en la CV es de 1,6V y el E_c es de -0,5V, por tanto el ΔV es de 2,1 V. El *current productivity* varía según el polímero que se haya caracterizado en la capa exterior, pueden ser los tres siguientes:

- PEDOT = 0,875 mg/C
- PNMPy = 0,619 mg/C
- COP = 0,487 mg/C

Como en todos los polímeros en configuración en capa, la última capa es de PEDOT, utilizamos para todos los cálculos de SC su valor de *current productivity* (0,875 mg/C).

8. Resultados.

Al acabar toda la parte experimental y al realizar todos los cálculos podemos comenzar a realizar el análisis de los resultados obtenidos. Explicaremos los resultados de cada configuración multicapa por separado. Cada polímero, lo dividiremos en dos grandes puntos: CP, donde miraremos gráficamente la evolución del potencial respecto al tiempo, y CV, donde comprobaremos los resultados obtenidos al calcular el LEA y el SC.

En la parte experimental, realizamos dos ensayos de cada prueba (CP y CV). En este punto estará el mejor resultado de los dos realizados, el otro estará en los anexos.

Añadiremos un punto donde realizaremos una comparativa entre todas las configuraciones multicapa y decidir cuáles son las mejores. Con las dos mejores configuraciones montaremos dos pilas electrolíticas.

Al final, analizaremos cuál de los dos polímeros en multicapa realiza mejor la función de supercapacitor y mantiene más tiempo el LED encendido.

8.1. PSCSP.

8.1.1. CP.

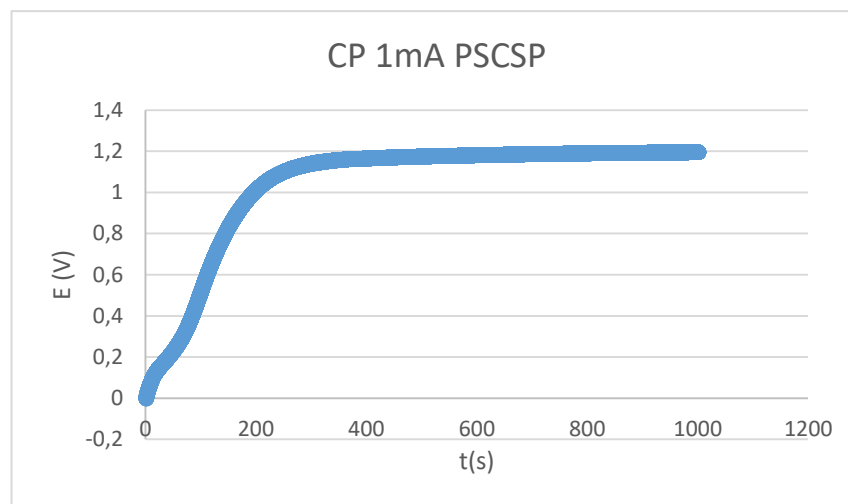


Gráfico 1. CP 1mA PSCSP E vs t.

Vemos que en el gráfico 1 el potencial sube rápidamente los primeros 300 s hasta 1,1 V. Luego se comienza a estabilizar en 1,2 V durante los 700 s restantes.

8.1.2. CV.

- LEA

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PSCSP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	10,18
10	19,64
15	24,38
20	32,38
25	36,90
30	42,15
35	45,04
40	49,11
45	50,55
50	52,16

Tabla 18. LEA cada 5 ciclos de PSCSP.

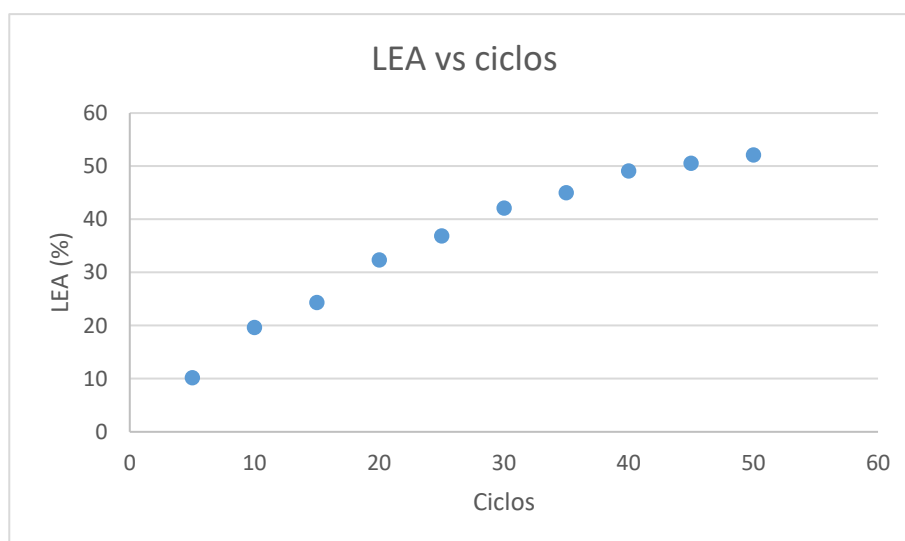


Gráfico 2. LEA vs ciclos PSCSP.

Como podemos observar tanto en la tabla 18 como en el gráfico 2, la electroestabilidad perdida del polímero PSCSP después de los 50 ciclos de la CV es del 52%.

- SC

Los cálculos de SC de la CV del polímero PSCSP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclo	SC (F/g)
2	220,83
50	88,19

Tabla 19. SC de los ciclos 2 y 50 de PSCSP.

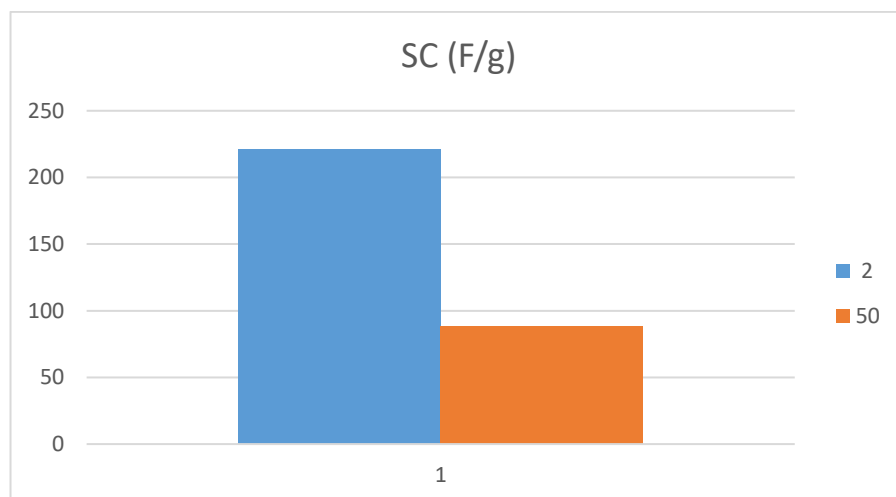


Gráfico 3. SC ciclos 2 y 50 PSCSP.

Como podemos observar en el gráfico 3, hay una pérdida de capacitancia específica. Al principio de la CV, la $SC=220,83$ F/g en el ciclo 2 y ha descendido hasta una $SC=88,19$ F/g al final del proceso.

8.2. PpCpP.

8.2.1. CP.

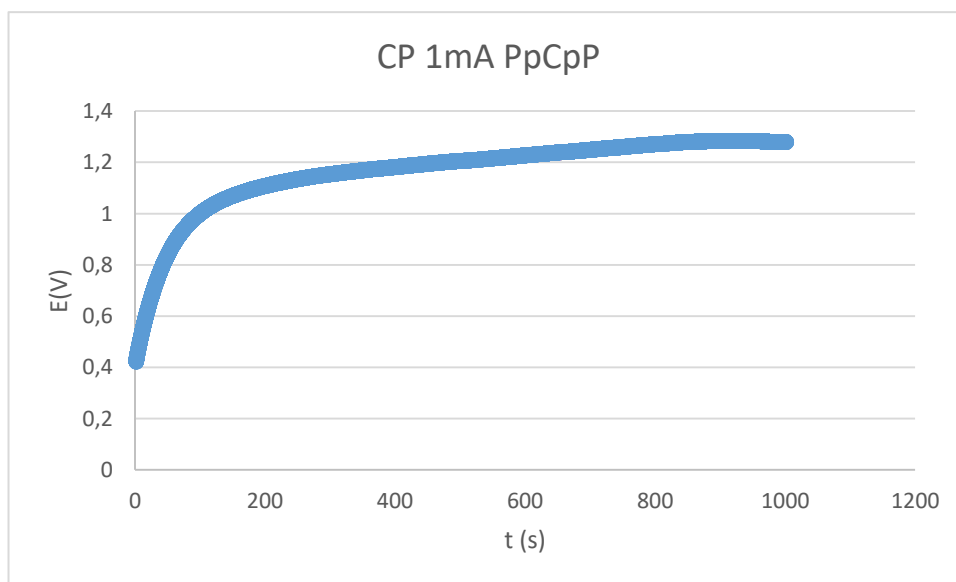


Gráfico 4. CP 1mA PpCpP E vs t.

Observamos un alto incremento de potencial hasta 1 V antes de llegar a los 200 s en el gráfico 4. Luego hay un crecimiento lineal hasta llegar casi a 1,3 V desde el 200 hasta cerca de 900 s. Después se mantiene estable hasta el final.

8.2.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PpCpP son los siguientes:

Ciclo	LEA (%)
5	8,83
10	21,93
15	27,95
20	36,77
25	41,20
30	46,19
35	49,37
40	52,91
45	55,82
50	58,72

Tabla 20. LEA cada 5 ciclos de PpCpP.

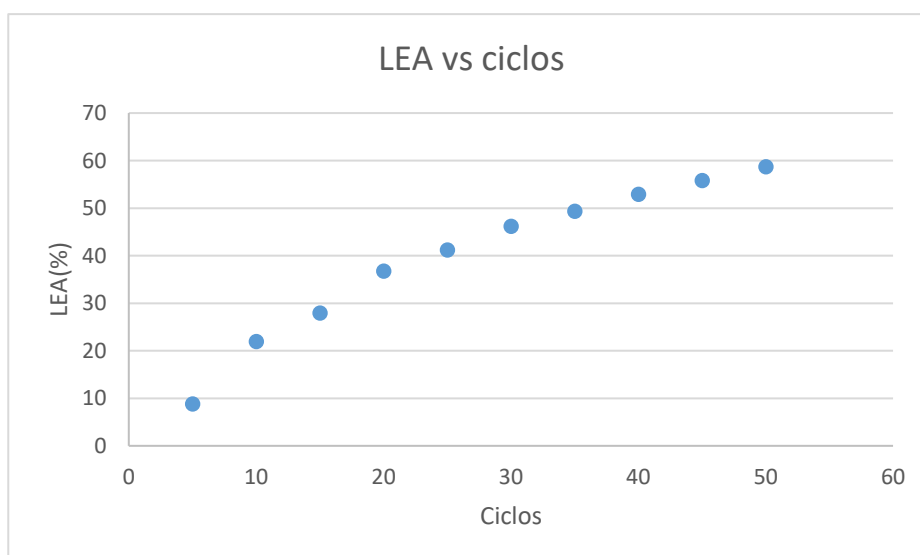


Gráfico 5. LEA vs ciclos PpCpP.

Observando los resultados de la tabla 20 y el gráfico 5, podemos ver que la pérdida de electroestabilidad del polímero PpCpP es de un casi 59% al final de la CV.

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PpCpP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclo	SC (F/g)
2	196,89
50	88,14

Tabla 21. SC de los ciclos 2 y 50 de PpCpP.

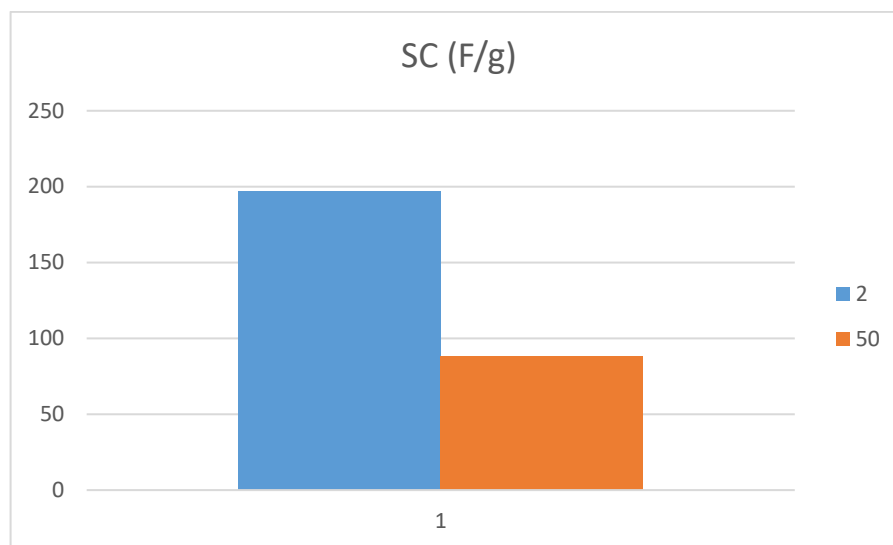


Gráfico 6. SC ciclos 2 y 50 PpCpP.

Analizando los resultados de la tabla 21 y su representación en el gráfico 6, la SC del PpCpP inicial es de 196,89 F/g y desciende hasta una SC de 88,14 F/g en el ciclo 50.

8.3. PSCSCSP.

8.3.1. CP.

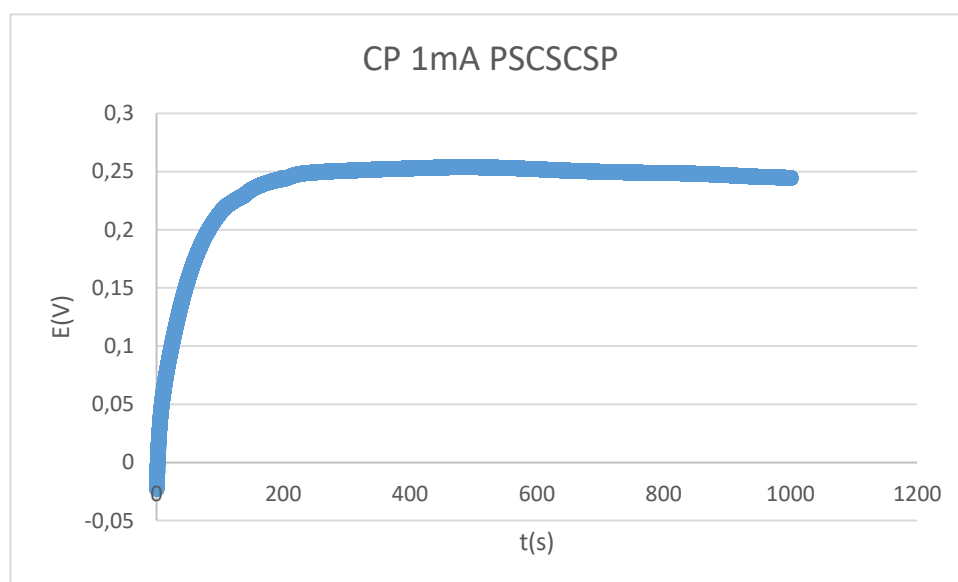


Gráfico 7. CP 1mA PSCSCSP E vs t.

El gráfico 7 indica un gran incremento de 0 a 0,25 V los primeros 200s y luego se mantiene estable hasta el final del tiempo de la CP.

8.3.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PSCSCSP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	9,12
10	16,32
15	19,54
20	23,28
25	25,30
30	27,62
35	29,10
40	31,13
45	33,40
50	34,23

Tabla 22. LEA cada 5 ciclos de PSCSCSP.

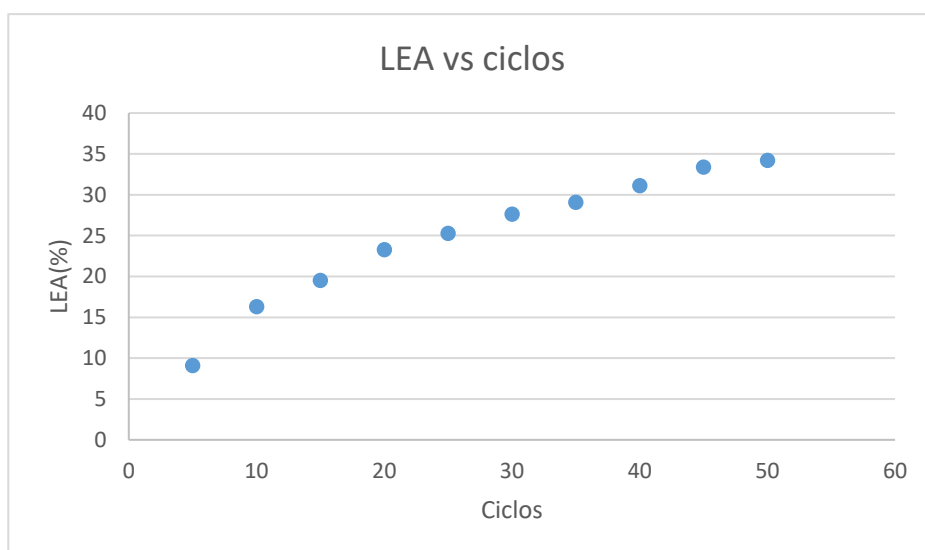


Gráfico 8. LEA vs ciclos PSCSCSP.

Como podemos observar en la tabla 22 como en el gráfico 8, LEA de la configuración PSCSCSP es de un 34%.

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PSCSCSP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	155,37
50	81,13

Tabla 23. SC de los ciclos 2 y 50 de PSCSCSP.

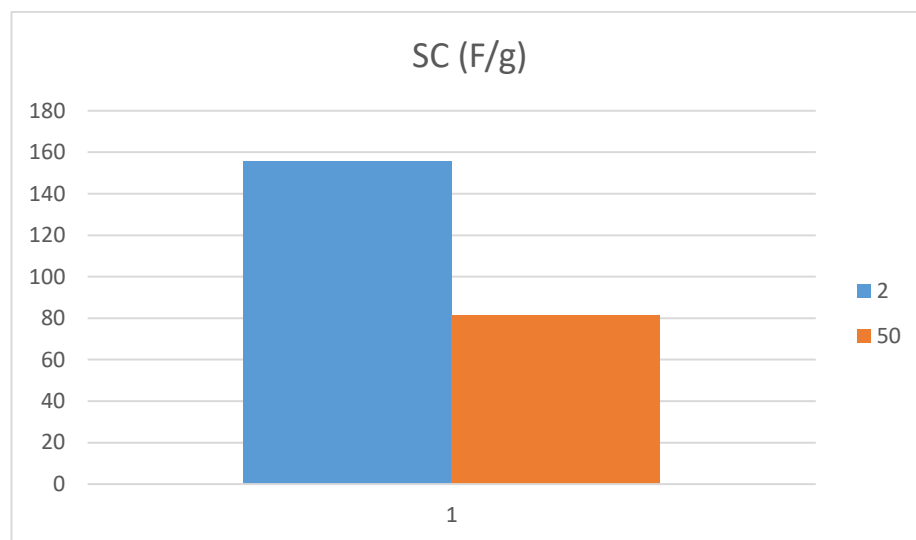


Gráfico 9. SC ciclos 2 y 50 PSCSCSP.

La SC calculada en la tabla 23 y representada en el gráfico 9 es la siguiente. Al inicio SC tiene un valor de 155,37 F/g. Su valor disminuye hasta que al final de la CV su SC sea de 81,13 F/g.

8.4. PpCpCpP.

8.4.1. CP.

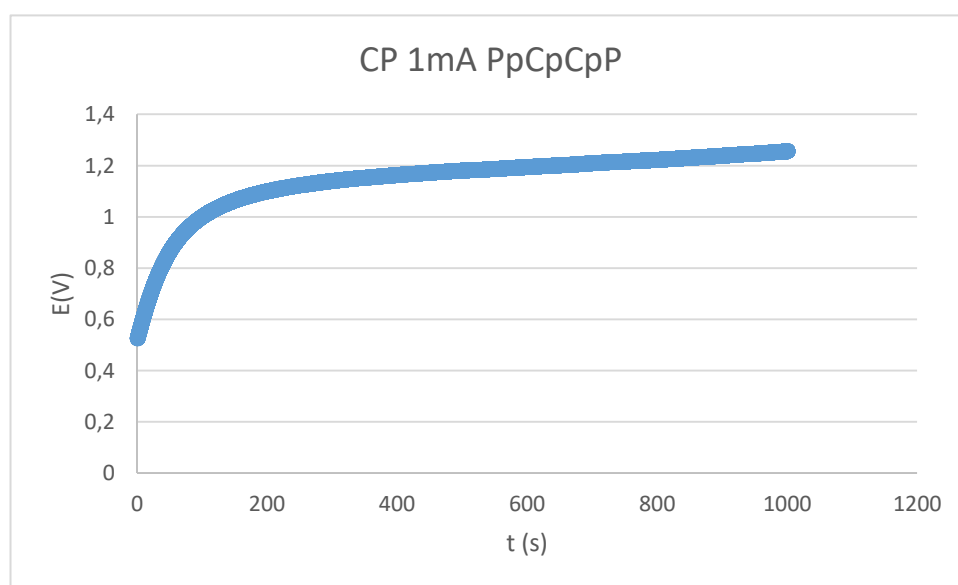


Gráfico 10. CP 1mA PpCpCpP E vs t.

En el gráfico 10 podemos observar un salto de potencial los primeros 200 s de 0,5 a 1,1 V. Después observamos un ligero incremento durante el tiempo restante de la CP hasta superar 1,2 V.

8.4.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PpCpCpP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	6,19
10	17,46
15	23,12
20	31,40
25	36,27
30	42,13
35	45,69
40	49,59
45	52,82
50	56,11

Tabla 24. LEA cada 5 ciclos de PpCpCpP.

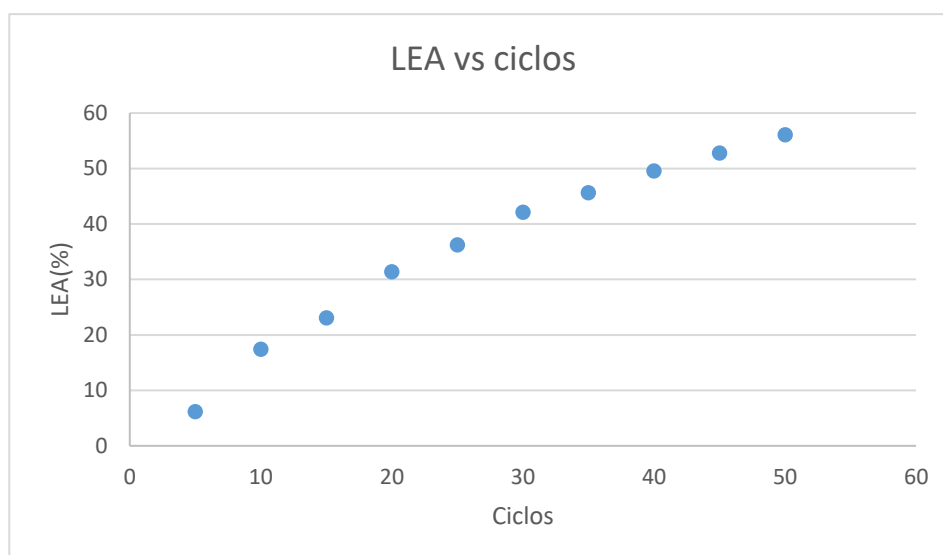


Gráfico 11. LEA vs ciclos PPCPCPP.

Una vez realizado los cálculos de la tabla 24 y representados en el gráfico 11, observamos que la electroestabilidad perdida de la configuración PpCpCpP es de un 56%.

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PpCpCpP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	208,41
50	99,13

Tabla 25. SC de los ciclos 2 y 50 de PpCpCpP.

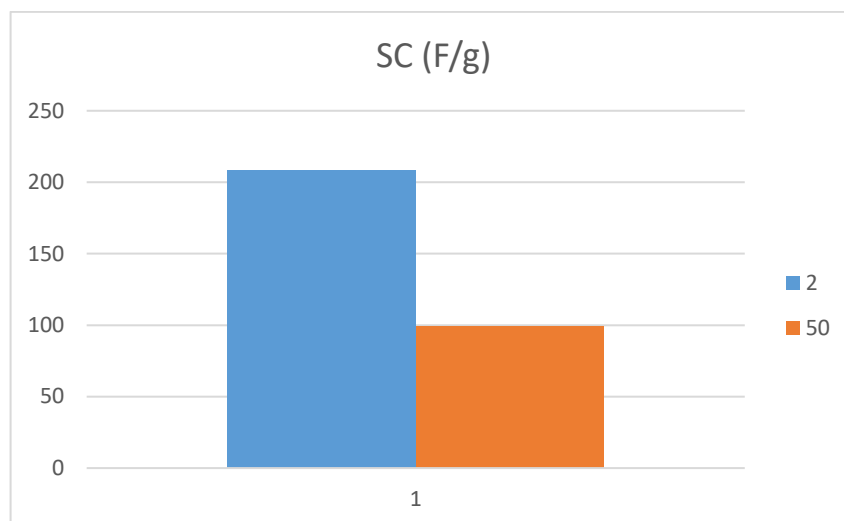


Gráfico 12. SC ciclos 2 y 50 PpCpCpP.

Como podemos observar tanto en la tabla 25 y en el gráfico 12, la SC inicial es de 208,41 F/g y al final de la CV es de 99,13 F/g.

8.5. PP.

8.5.1. CP.

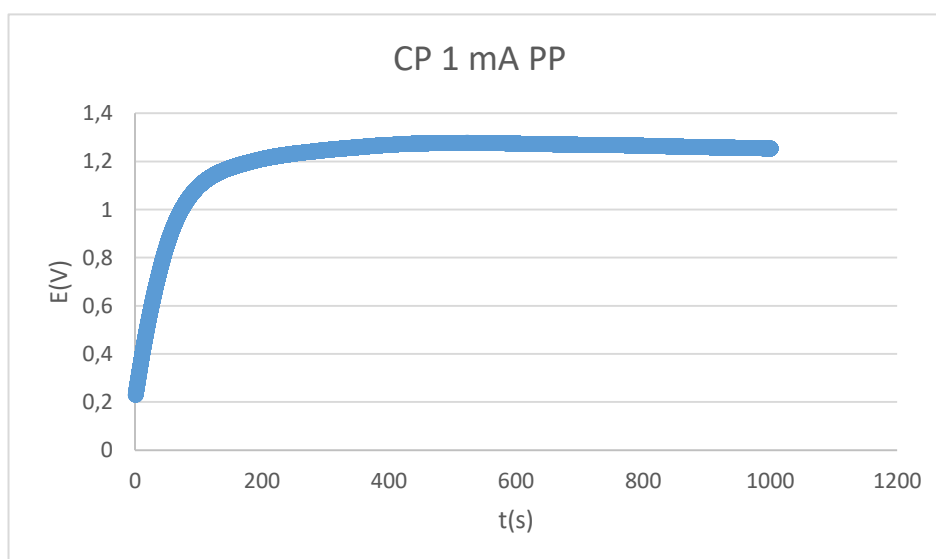


Gráfico 13. CP 1mA PP E vs t.

Como observamos en el gráfico de la CP 1 mA PP (gráfico 13), vemos un gran incremento de potencial (de 0,2 a 1,2 V) los primeros 200 s. los 800 s restantes hay un ligero incremento pero se mantiene estable en un potencial cercano a 1,3 V

8.5.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	10,16
10	21,62
15	26,22
20	32,58
25	35,71
30	38,54
35	41,09
40	43,71
45	46,16
50	49,15

Tabla 26. LEA cada 5 ciclos de PP.

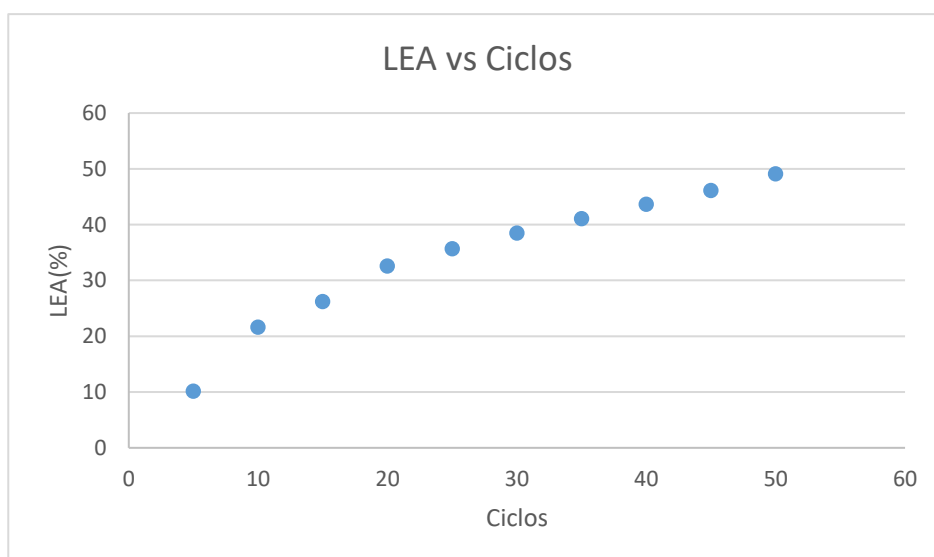


Gráfico 14. LEA vs ciclos PP.

Tanto como en la tabla 26 como el gráfico 14, podemos ver que el polímero PP después de sufrir la CV ha perdido casi un 50% (49,15%) de electroestabilidad.

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	123,70
50	60,51

Tabla 27. SC de los ciclos 2 y 50 de PP.

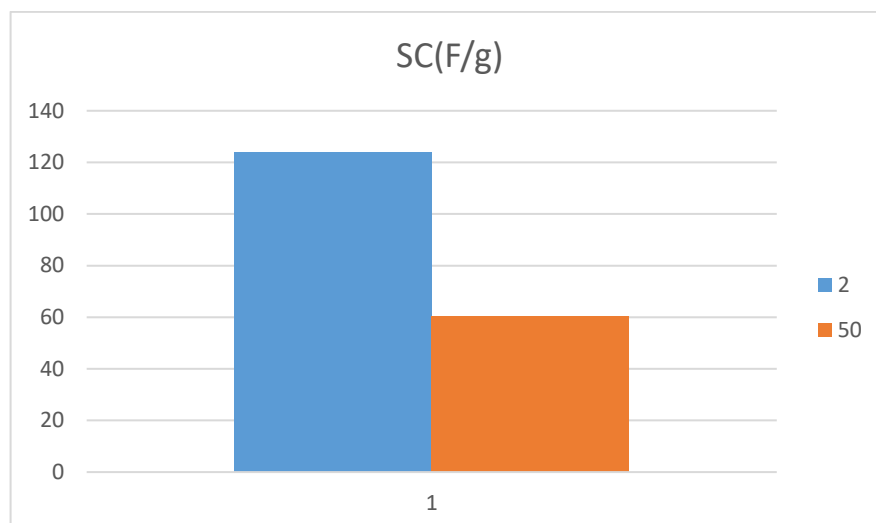


Gráfico 15. SC ciclos 2 y 50 PP.

Después de observar los cálculos de la tabla 27 y su representación gráfica del gráfico 15, vemos que en el ciclo 2 la SC era 123,7 F/g y al finalizar los ciclos la SC descendió hasta 60,51 F/g.

8.6. PCP.

8.6.1. CP.

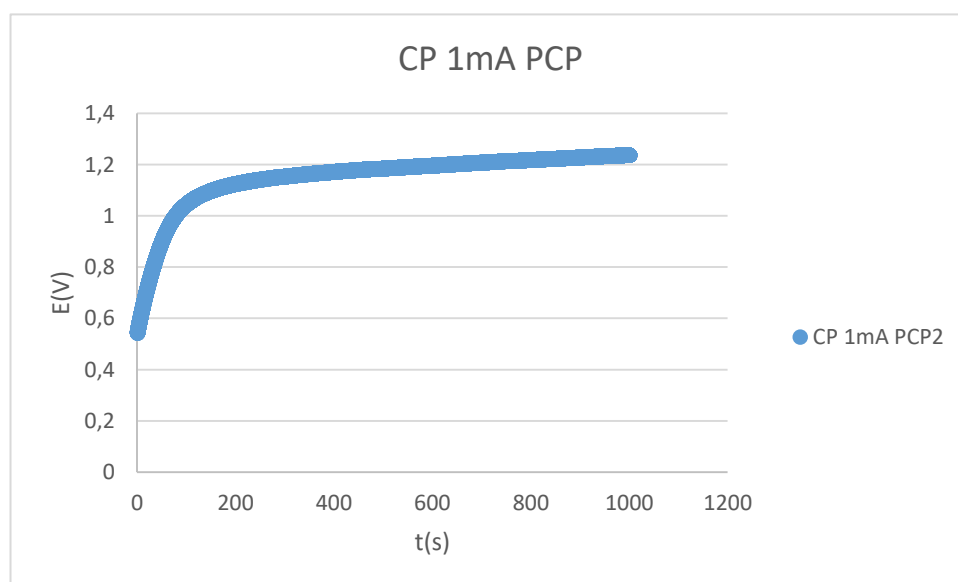


Gráfico 16. CP 1mA PCP E vs t.

Como muestra el gráfico 16, hay un incremento inicial de potencial, de 0,5 a 1,1 V en los primeros 200s. En los 800 s restantes hay un ligero incremento de potencial de forma lineal hasta superar el 1,2 V.

8.6.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PCP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	9,81
10	22,06
15	29,46
20	38,99
25	44,01
30	48,98
35	51,95
40	55,69
45	58,63
50	61,56

Tabla 28. LEA cada 5 ciclos de PCP.

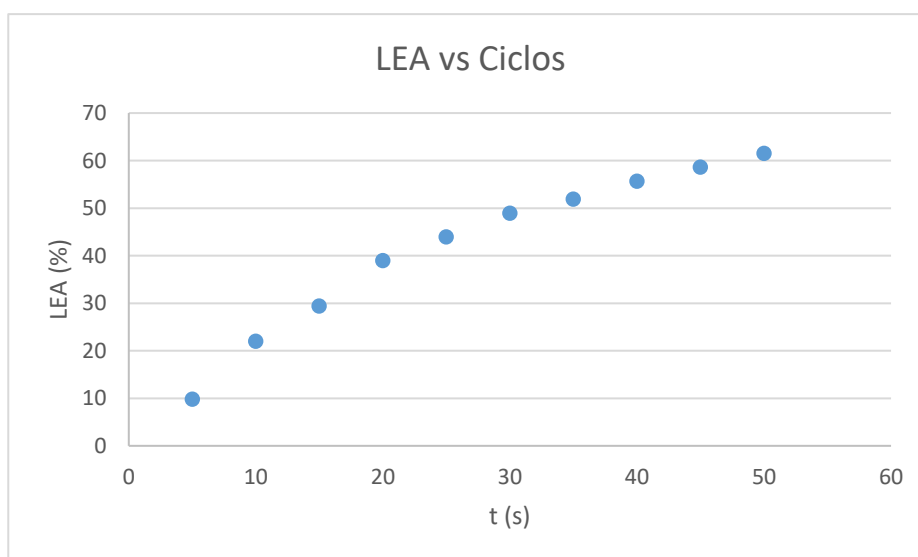


Gráfico 17. LEA vs ciclos PCP.

Tanto en la tabla 28 como en el gráfico 17, podemos observar la evolución de la pérdida de electroestabilidad. Al finalizar la CV, la electroestabilidad perdida es superior al 60% (61,56%)

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PCP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	235,18
50	94,02

Tabla 29. SC de los ciclos 2 y 50 de PCP.

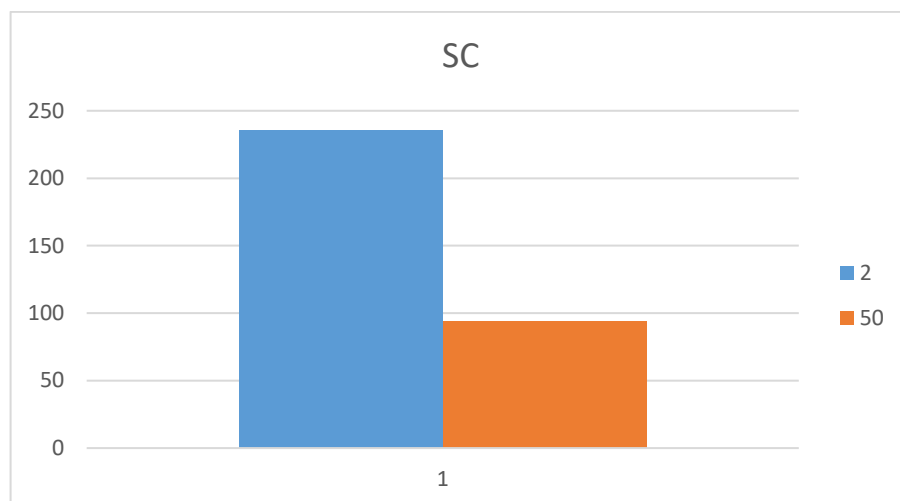


Gráfico 18. SC ciclos 2 y 50 PCP.

Como observamos en la tabla 29 y en el gráfico 18, la SC inicial es de 234,18 F/g y desciende hasta una SC de 94,02 F/g en el ciclo 50.

8.7. PCCP.

8.7.1. CP.

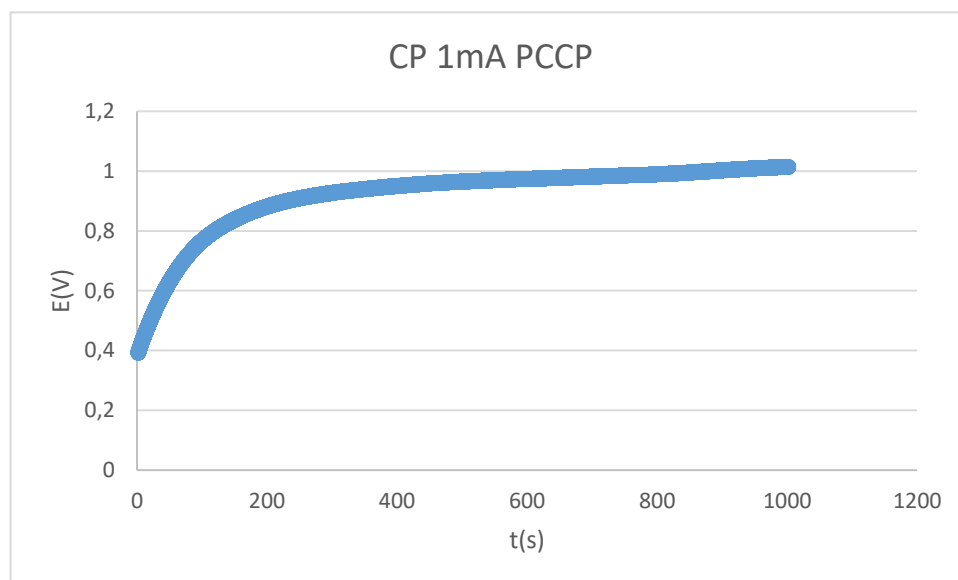


Gráfico 19. CP 1mA PCCP E vs t.

Como podemos observar en el gráfico 19, en los primeros 200 s hay un incremento de 0,5 V (de 0,4 a 0,9 V). A partir de ahí, se produce un ligero incremento de potencial durante el tiempo restante de la CV hasta superar 1V.

8.7.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PCCP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	11,60
10	31,52
15	42,40
20	53,16
25	56,53
30	59,91
35	61,97
40	64,08
45	65,72
50	67,51

Tabla 30. LEA cada 5 ciclos de PCCP.

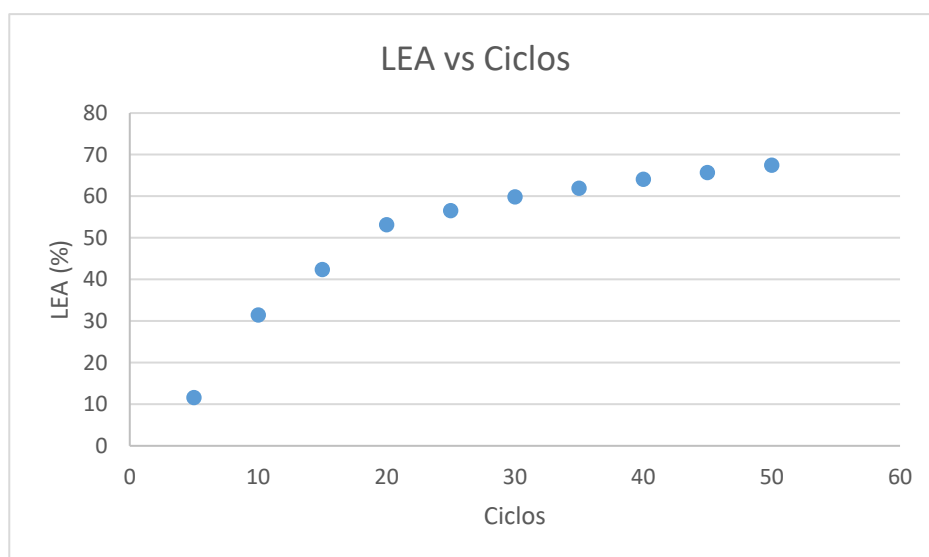


Gráfico 20. LEA vs ciclos PCCP.

Viendo los cálculos realizados en la tabla 30 y su representación en el gráfico 20, podemos decir que el polímero PCCP sufre una pérdida de electroestabilidad cercana al 70% (67,51%).

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PCCP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	255,43
50	82,96

Tabla 31. SC de los ciclos 2 y 50 de PCCP.

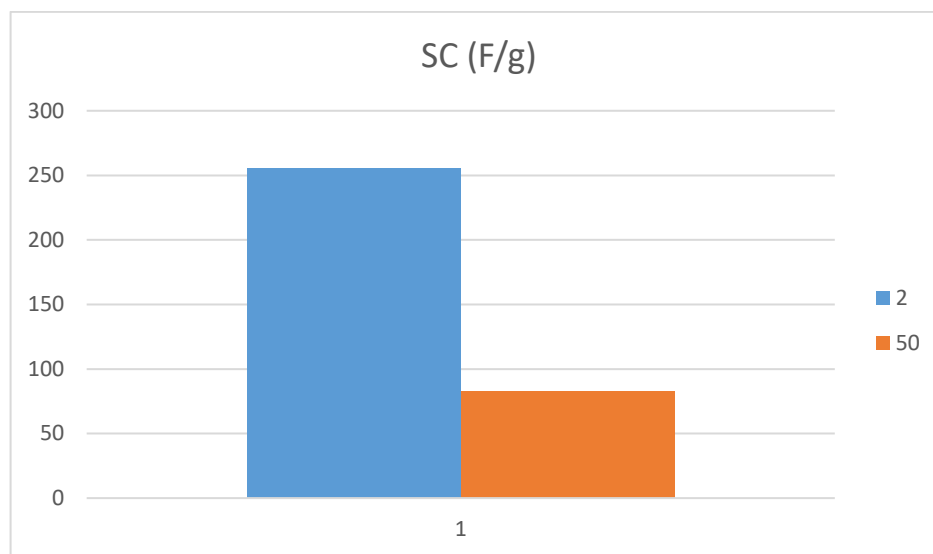


Gráfico 21. SC ciclos 2 y 50 PCCP.

Tanto en la tabla 31 como en el gráfico 21, observamos que la SC de la configuración PCCP al inicio es de 255,43 F/g. Pero al terminar la CV, su SC desciende hasta los 82,96 F/g.

8.8. PpP.

8.8.1. CP.

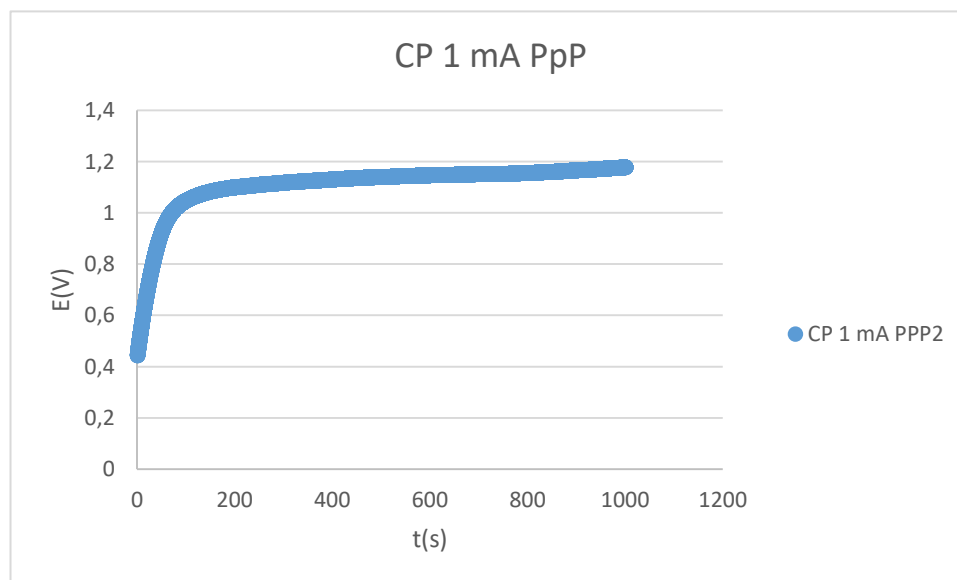


Gráfico 22. CP 1mA PpP E vs t.

Como podemos observar en el gráfico 22, hay un gran incremento de potencial los primeros 150 s hasta 1,1 V. El tiempo restante hay un ligero aumento lineal del potencial que llega cerca de 1,2 V.

8.8.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PpP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	15,44
10	48,85
15	58,15
20	66,13
25	69,24
30	71,89
35	73,26
40	74,69
45	75,72
50	76,65

Tabla 32. LEA cada 5 ciclos de PpP.

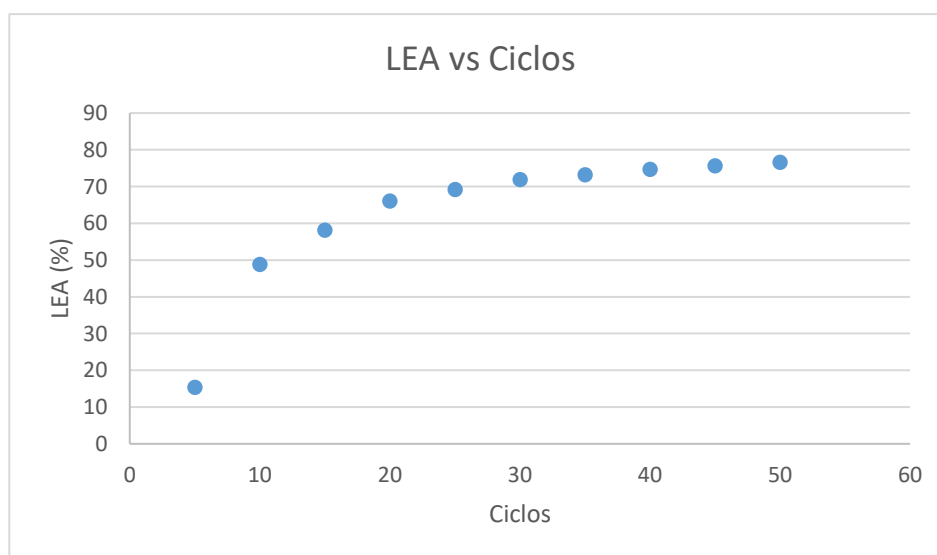


Gráfico 23. LEA vs ciclos PpP.

Mirando la tabla 32 y el gráfico 23, vemos que el polímero PpP sufre una gran pérdida de electroestabilidad, superior a un 75 % (76,65%).

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PpP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	223,45
50	51,07

Tabla 33. SC de los ciclos 2 y 50 de PpP.

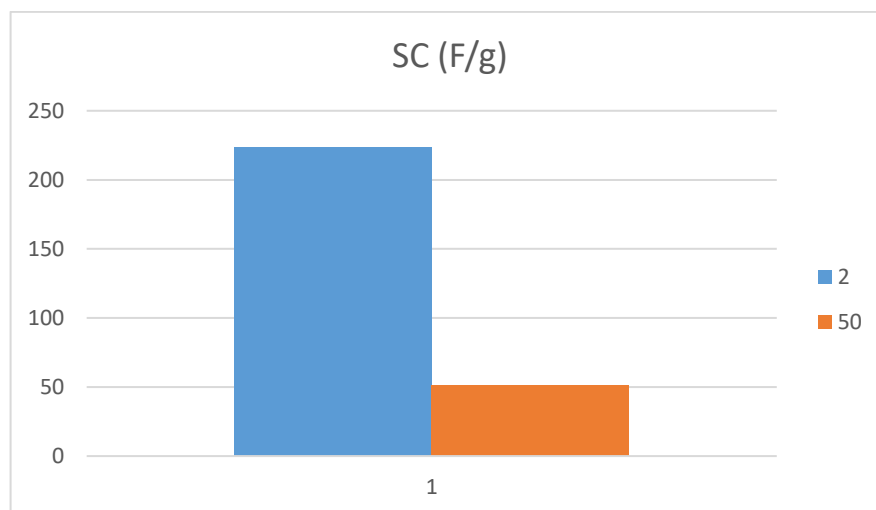


Gráfico 24. SC ciclos 2 y 50 PpP.

Analizando los resultados de la tabla 33 y su representación en el gráfico 24, observamos que la SC inicial del polímero PpP era de 223,45 F/g y sufre un descenso durante la CV hasta una SC de 51,08 F/g.

8.9. PCpCP.

8.9.1. CP.

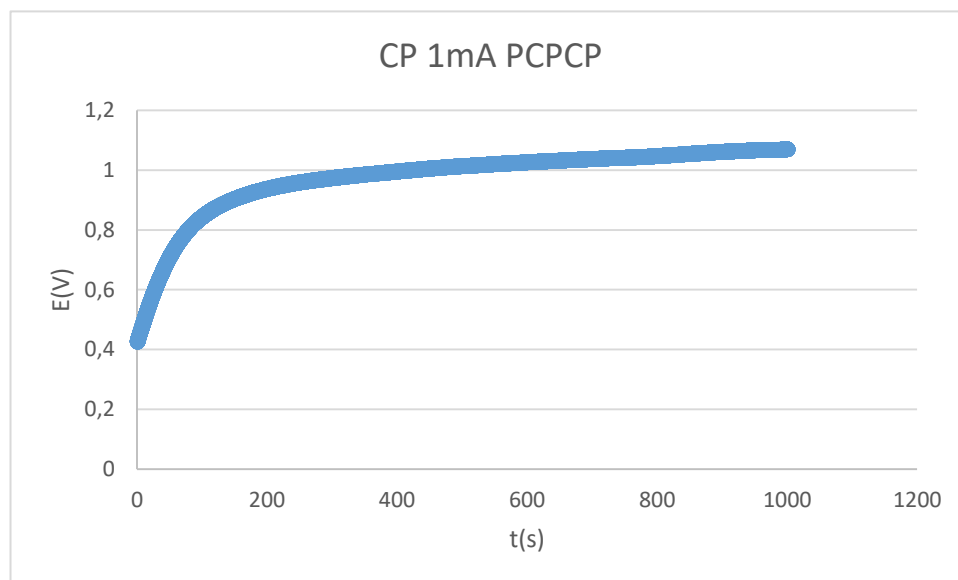


Gráfico 25. CP 1mA PCPCP E vs t.

En el gráfico 25, vemos que el potencial de la configuración PCpCP sufre un gran incremento hasta 0,9V los primeros 200 s y después tiene un crecimiento lineal subiendo el potencial hasta un valor mayor a 1V al final de la CP.

8.9.2. CV.

- LEA.

Los cálculos de LEA de la CV del polímero PCpCP son los siguientes:

Ciclos	LEA (%)
5	2,79
10	9,64
15	12,63
20	17,69
25	21,28
30	26,06
35	29,90
40	34,93
45	39,07
50	44,03

Tabla 34. LEA cada 5 ciclos de PCpCP.

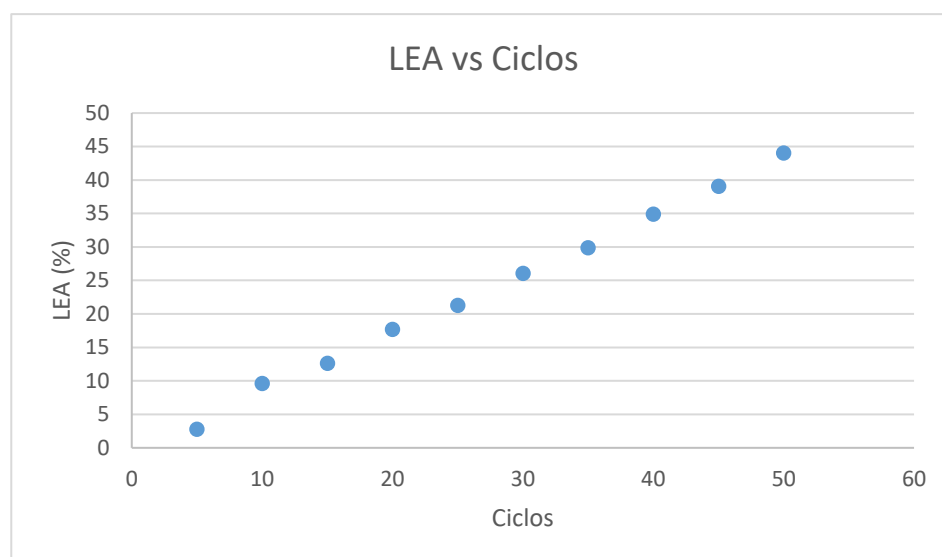


Gráfico 26. LEA vs ciclos PCpCP.

Como podemos observar en la tabla 34 y en el gráfico 26, el polímero PCpCP al acabar la CV sufre una pérdida de electroestabilidad cercana al 45% (44,03%).

- SC.

Los cálculos de SC de la CV del polímero PCpCP de los ciclos 2 y 50 son los siguientes:

Ciclos	SC (F/g)
2	215,58
50	132,45

Tabla 35. SC de los ciclos 2 y 50 de PCpCP.



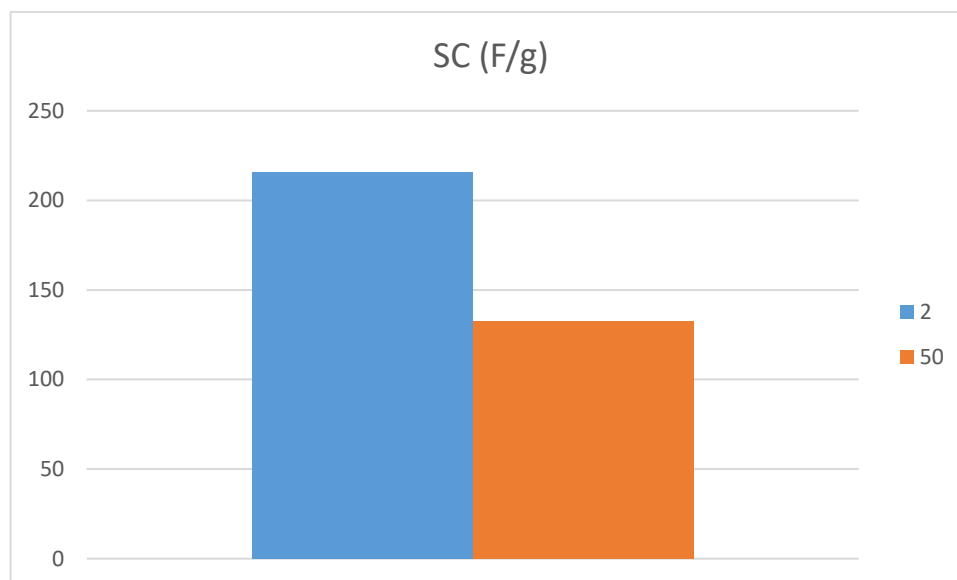


Gráfico 27. SC ciclos 2 y 50 PCpCP.

Tanto en los resultados obtenidos en la tabla 35 como en su representación gráfica en el gráfico 27, la SC del polímero PCpCP en el ciclo 2 es de 215,58 F/g. Después de sufrir la CV, su SC se reduce a 132,45 F/g.

8.10. Comparativa de resultados.

Una vez hemos realizado las CP y las CV de todos los polímeros en configuración multicapa y hemos realizado los cálculos correspondientes, comenzamos a compararlas para ver que configuración es la adecuada para hacer la función de supercapacitor.

En este punto hacemos como los anteriores, lo dividiremos comparando las CP, los cálculos de la CV por separado y luego una conclusión conjunta de las mejores configuraciones.

8.10.1. CP.

Para decidir que configuración multicapa es más estable, miramos cuál de ellas se estabiliza a un potencial menor ya que al aplicarles la misma intensidad a todos vemos que polímero es más resistente y da un potencial menor de respuesta.

Polímero	E (V)
PSCSP	1,195
PpCpP	1,280
PSCSCSP	0,244
PpCpCpP	1,256
PP	1,255
PCP	1,237
PCCP	1,014
PpP	1,177
PCpCP	1,069

Tabla 36. Potencial final de las CP de cada polímero.

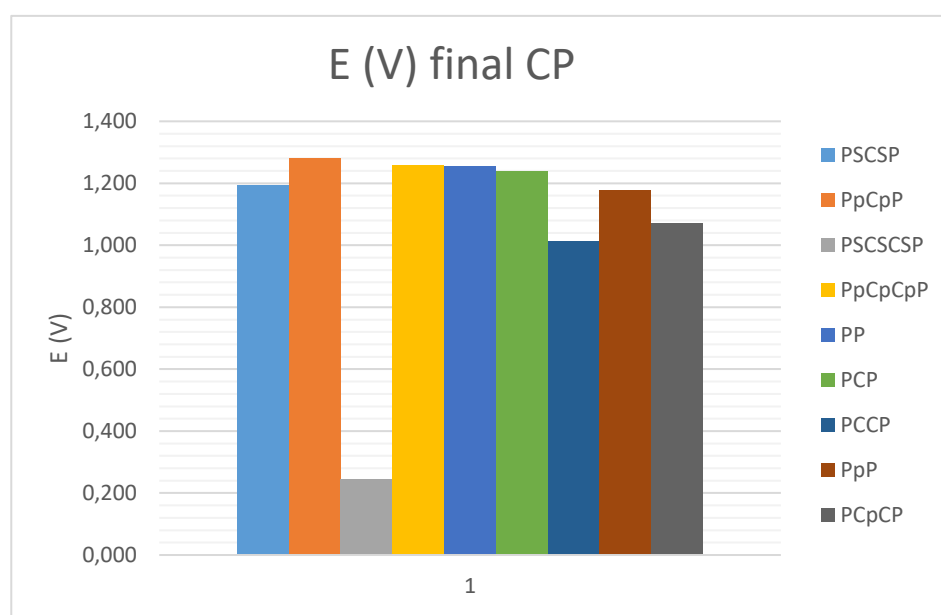


Gráfico 28. E (V) final CP de cada polímero.

Como podemos observar tanto en la tabla 36 como en el gráfico 28, vemos claramente que la configuración con menor potencial es PSCSCSP. Las tres siguientes no llegan a 1,2 V, la segunda con menor potencial es PCCP, seguida por PCpCP, PCP y PpP. Las cinco restantes superan o igualan 1,2 V y están ordenadas. La configuración que tiene un mayor potencial es PpCpP con un potencial de 1,28 V.

El orden de los polímeros de menor a mayor salto de potencial es el siguiente:

PSCSCSP < PCCP < PCpCP < PpP < PSCSP < PCP < PP < PpCpCpP < PpCpP.

8.10.2. CV: LEA.

LEA significa electroestabilidad perdida, por tanto, lo que buscamos en este apartado son las configuraciones con menor porcentaje de LEA al final de la CV debido a que son las que mayor actividad electroquímica tienen para desarrollar la función de supercapacitor.

Polímero	LEA 50 (%)
PSCSP	52,16
PpCpP	58,72
PSCSCSP	34,23
PpCpCpP	56,11
PP	49,15
PCP	61,56
PCCP	67,51
PpP	76,65
PCpCP	44,03

Tabla 37. Porcentaje de LEA de cada polímero en el ciclo 50.

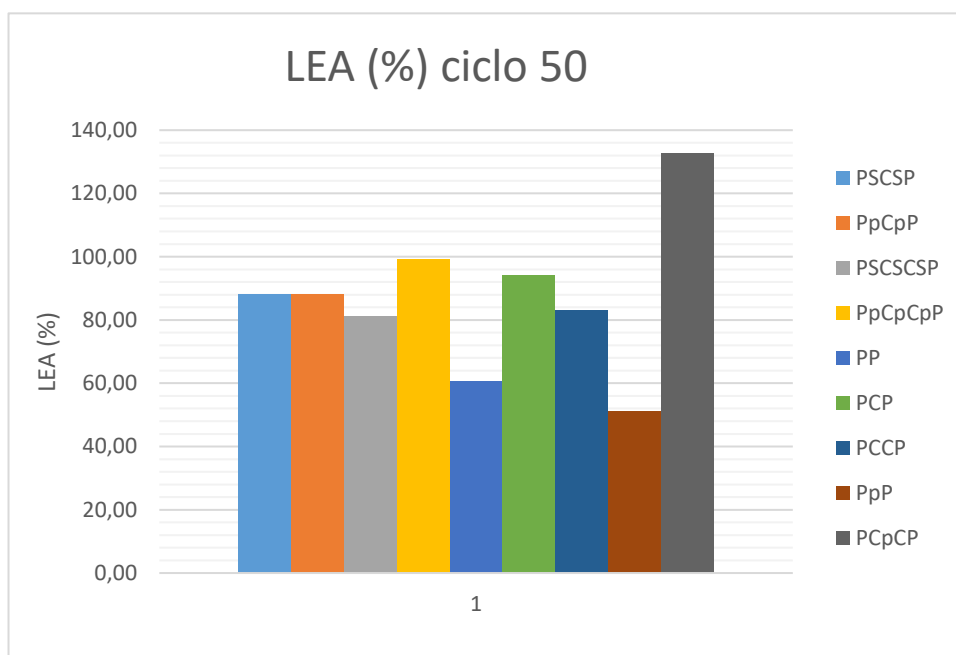


Gráfico 29. LEA ciclo 50 de cada polímero.

Tanto en la tabla 37 como en el gráfico 29, vemos claramente que el polímero con menor pérdida es PSCSCSP con un 34,23%, seguido de PCpCP con un 44,03 %. Otra configuración que está por debajo del 50 % es PP. Por otro lado, hay 3 configuraciones que superan el 50 % que son PSCSP, PpCpCpP y PpCpP. Por último, las 3 últimas configuraciones superan el 60% de pérdida, PCP, PCCP y PpP que llega hasta el 76,65% de pérdida de electroestabilidad.

El orden de menor a mayor LEA es el siguiente:

PSCSCSP < PCpCP < PP < PSCSP < PpCpCP < PpCpP < PCP < PCCP < PpP.

8.10.3. CV: SC.

La SC consiste la capacitancia por superficie que puede soportar el polímero. Al realizar la CV, calculamos la SC inicial (ciclo 2) y final (ciclo 50) para ver cuanta SC se ha perdido durante los ciclos de oxidación-reducción. Para saber que configuración polimérica es la más adecuada, miramos quien tiene la SC del último ciclo más alta.

Polímero	SC 50 (F/g)
PSCSP	88,19
PpCpP	88,14
PSCSCSP	81,13
PpCpCpP	99,13
PP	60,51
PCP	94,02
PCCP	82,96
PpP	51,07
PCpCP	132,45

Tabla 38. SC 50 de cada polímero.

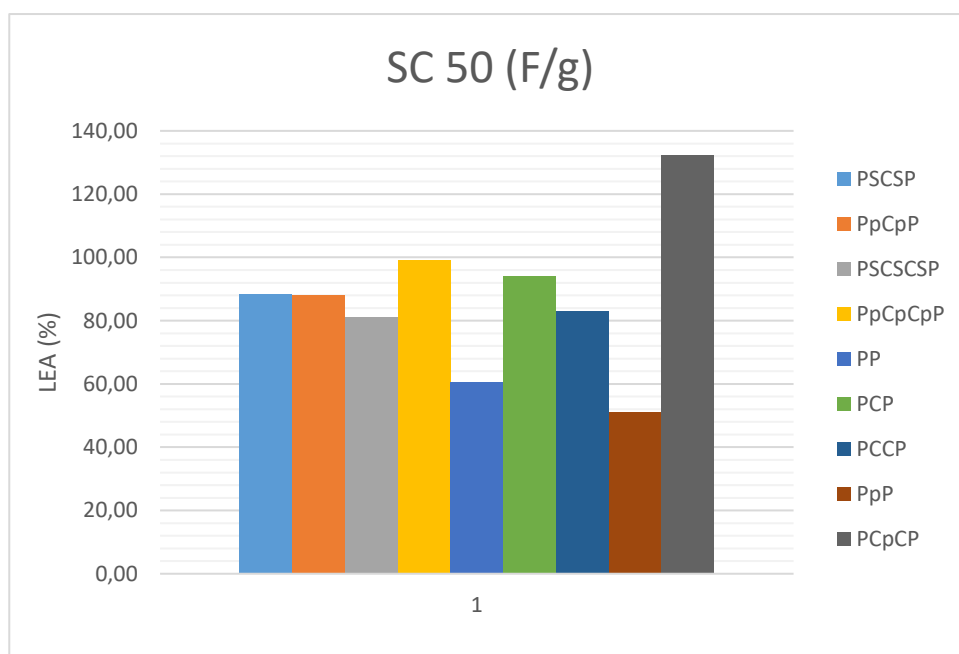


Gráfico 30. SC 50 de cada polímero.

Como observamos en la tabla 38 como en el gráfico 30, vemos claramente que el polímero con mayor capacitancia es PCpCP con una SC de 135,45 F/g. Los segundos polímeros con mayor SC superan los 90

F/g, PpCpCpP y PCP. Los cuatro siguientes superan los 80 F/g, PSCSP, PpCpP, PCCP y PSCSCSP. Las configuraciones multicapa con menor SC son PP con una SC de 60,51 F/g y PpP con una SC de 51,07 F/g.

La ordenación de mayor a menor SC es la siguiente:

PpCpP > PpCpCpP > PCP > PSCSP > PpCpP > PCCP > PSCSCSP > PP > PpP.

8.10.4. Conclusión de resultados.

Una vez hemos analizado tanto la CP como los cálculos de la CV nos disponemos a realizar la elección de los mejores polímeros en configuración multicapa. Para ello realizamos una tabla con el orden de los polímeros de mejor a peor resultado en cada prueba.

	CP	LEA	SC
1º	PSCSCSP	PSCSCSP	PCpCP
2º	PCCP	PCpCP	PpCpCpP
3º	PCpCP	PP	PCP
4º	PpP	PSCSP	PSCSP
5º	PSCSP	PpCpCpP	PpCpP
6º	PCP	PpCpP	PCCP
7º	PP	PCP	PSCSCSP
8º	PpCpCpP	PCCP	PP
9º	PpCpP	PpP	PpP

Tabla 39. Clasificación de los polímeros según las pruebas realizadas.

Observando la tabla 39, vemos claramente que la mejor configuración multicapa es la PCpCP ya que es la 3ª en la CP, 2ª en el LEA y 1ª en la SC. Las siguientes configuraciones mejores serían las que contienen sal, PSCSP y PSCSCSP. La peor de todas es la PpP debido a que ha dado el peor valor de las 9 en dos de las tres pruebas.

Por tanto, los dos polímeros con los que se montará la pila electrolítica para ver cuál de ellas mantiene más tiempo encendido el LED son PCpCP y PSCSCSP, aunque esta última presenta unos problemas que se explican en el siguiente punto.

8.11. Pila electrolítica.

Una vez hemos decidido que polímero son los más adecuados para realizar la pila electrolítica, disponemos a realizar la carga del polímero y grabar la duración del LED encendido.

Al realizar esta prueba no todos los polímeros son compatibles para realizar esta prueba debido a que los polímeros que tienen o no tienen una capa de poros no consiguen almacenar el mínimo de voltaje para encender el LED, 1,69 V. Con esto solo nos quedan los polímeros PCpCP, PpCpP, PpCpCpP y PpP.

De estos cuatro polímeros realizamos el experimento con los polímeros PCpCP y PpCpCpP que resultaron ser los mejores en las pruebas anteriores. Aunque hay varios problemas al electrogenerar el PpCpCpP, como está formado por varias capas y para la pila los electrodos tenían más área y más carga, la estructura no era estable. Por tanto realizamos la comparación con el PCpCP y el PpCpP.

Este procedimiento lo podemos dividir en dos apartados: el tiempo de duración del LED y ciclos de carga-descarga.

8.11.1. Duración del LED.

Realizamos el montaje de la imagen 21, cargamos la pila con la fuente de alimentación y vamos apuntando cada cierto tiempo el voltaje para tener el control de su carga. Una vez vemos que el voltaje no aumenta, desconectamos la fuente de alimentación, lo conectamos al LED y grabamos la duración de la luz encendida.

t (s)	PCpCP (V)	PpCpP (V)
10	0,56	0,23
20	0,68	0,39
30	0,78	0,53
40	0,89	0,67
50	0,99	0,81
60	1,09	0,94
70	1,18	1,07
80	1,28	1,18
90	1,38	1,3
100	1,48	1,4
120	1,67	1,5
140	1,86	1,58

t (s)	PCpCP (V)	PpCpP (V)
160	2,04	1,73
180	2,21	1,87
200	2,38	2,01
220	2,53	2,13
240	2,67	2,25
260	2,77	2,35
280	2,85	2,44
300	2,91	2,51
320	2,96	2,56
340	3	2,61
360	3,03	2,64
380	3,05	2,67
400	3,07	2,69
420	3,09	2,71
440	3,1	2,73
460	3,12	2,75
480	3,13	2,76
500	STOP	2,78
520		2,79
540		2,8
560		2,81
580		2,82
600		2,83

Tabla 40. Potencial de cada polímero cada cierto tiempo.

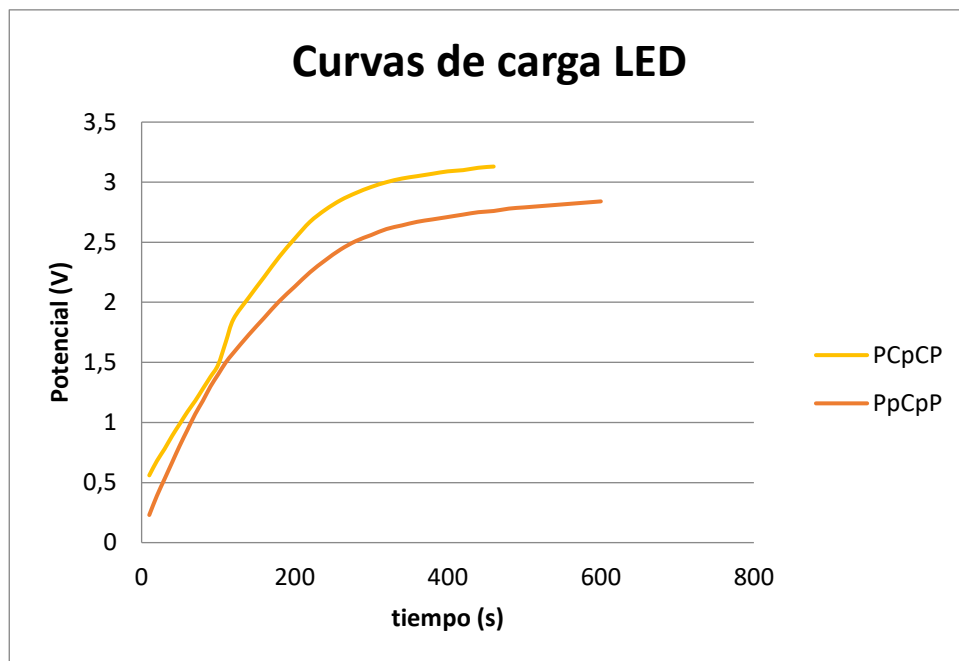


Gráfico 31. Curvas de crecimiento de potencial para cargar el LED de PCpCP y PpCpP.

Comparando los resultados de la tabla 40, vemos claramente que el PCpCP tiene 0,3 V más que PpCpP con dos minutos menos. Por tanto, vemos que los resultados concuerdan con las pruebas realizadas, PCpCP tiene mayor capacidad de almacenar energía.

Para medir la duración del LED, encendido grabamos su duración. Los videos estarán en la presentación del trabajo, aquí solo apuntamos el tiempo que de iluminación.

$T_{PCpCP} \rightarrow 50$ s.

$T_{PpCpP} \rightarrow 30$ s.

Vemos claramente que el que tenía mayor potencial es el que mantiene más tiempo el LED encendido. Con esto, podemos deducir que el mejor polímero en configuración multicapa es PCpCP porque es el más estable en las pruebas anteriores (CP y CV) y el que mantiene más tiempo el LED encendido.

8.11.2. Ciclos carga-descarga.

En el punto anterior hemos visto cuál de estos dos polímeros mantiene más tiempo encendido un LED pero esto no servirá de mucho si al hacerlo varias veces consecutivas el polímero se descompone o se inutilizan sus propiedades eléctricas. Para comprobar que el material es resistente a estas cargas y descargas de tensión, realizamos varios ciclos de carga-descarga controlando el voltaje cada cierto tiempo para comprobar que no hay anomalías.

Realizamos la carga como en el punto anterior, colocando una resistencia de $10000\ \Omega$ para que haya una carga controlada. De la misma forma, a la hora de descargar la pila, conectamos al circuito una resistencia de $1000\ \Omega$ y controlamos el descenso de voltaje.

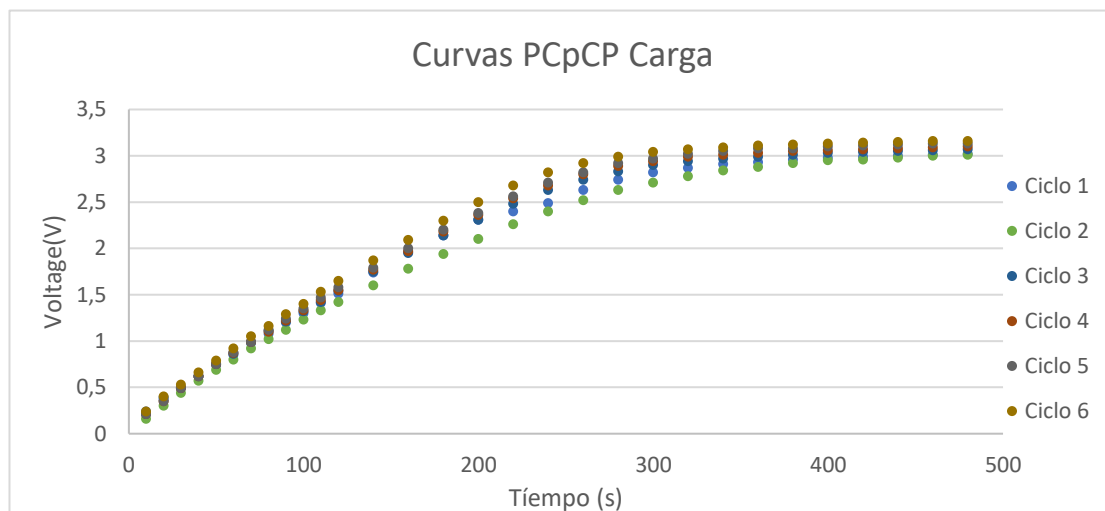


Gráfico 32. Curvas cargas de voltaje PCpCP.

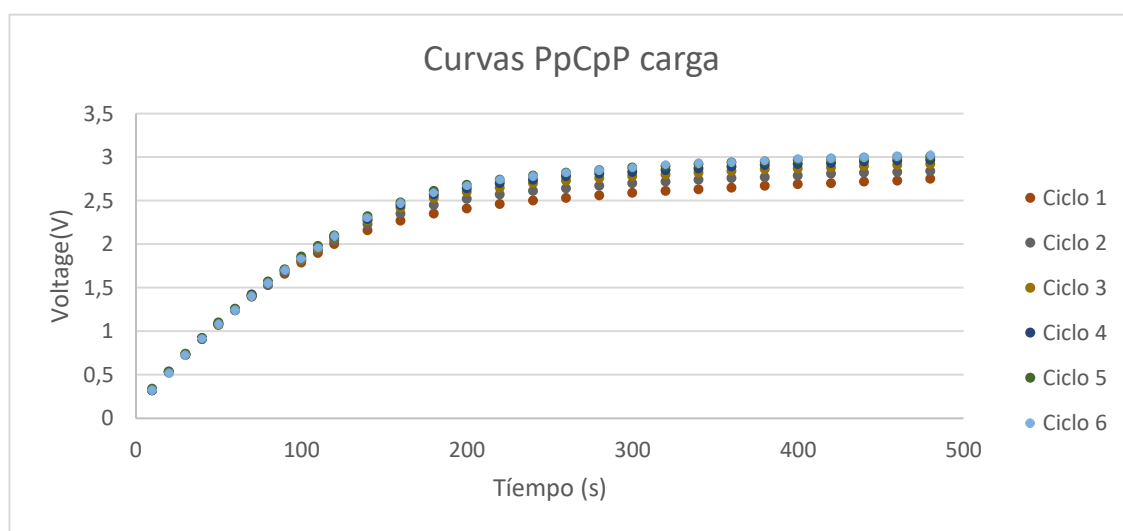


Gráfico 33. Curvas cargas de voltaje PpCpP.

Comparamos los gráficos 31 y 32, y podemos que ambos tienen un crecimiento de una curva logarítmica. También observamos que a medida que vamos haciendo ciclos, vemos que el voltaje final va aumentando ligeramente. Esto se debe a que después de la reducción, pueden quedar electricidad en el sistema y hace que aumente su potencial.

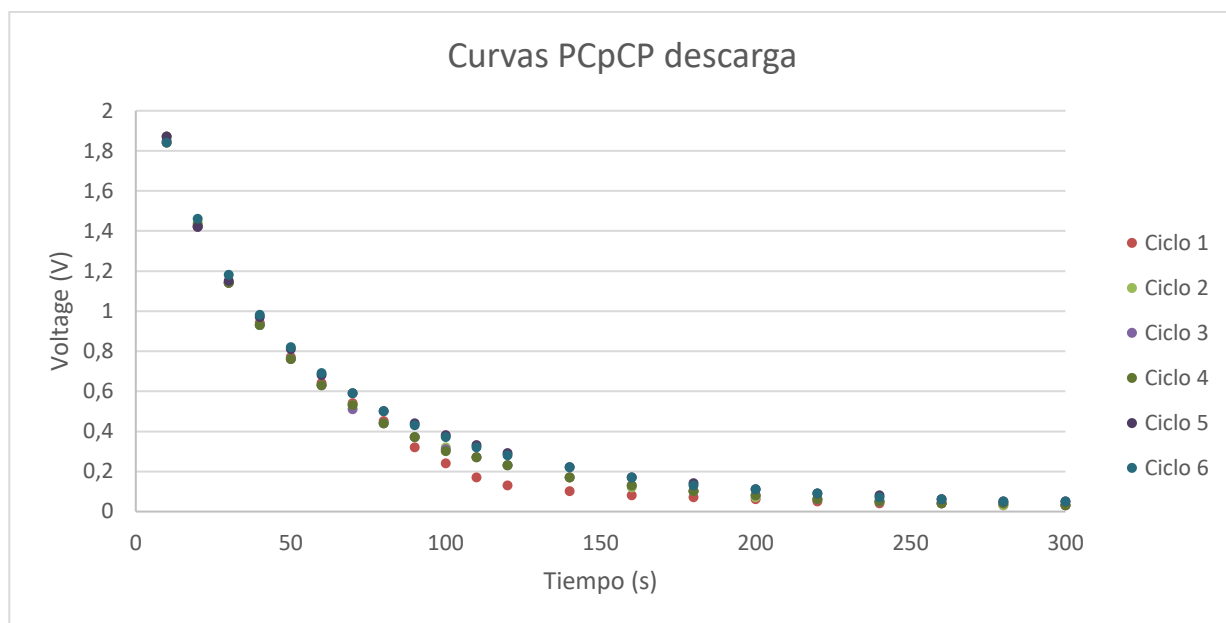


Gráfico 34. Curvas de descarga de voltaje PCpCP.

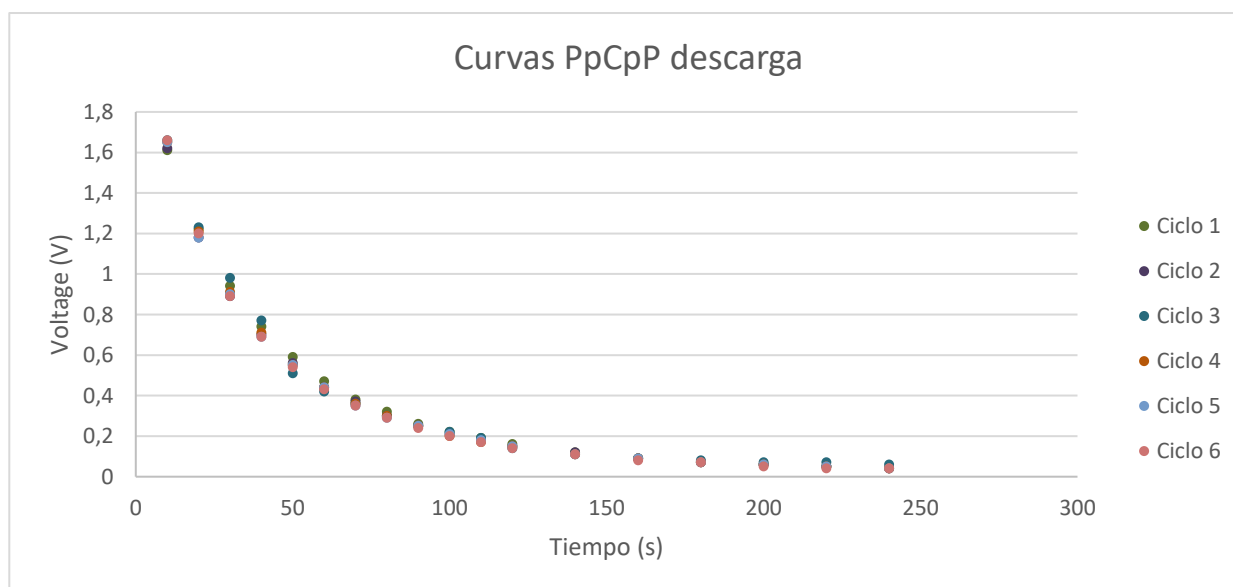


Gráfico 35. Curvas de descarga de voltaje PpCpP.

Tanto en el gráfico 33 como en el 34, vemos que las descargas de ambos polímeros son siempre iguales y no hay apenas variación entre un ciclo y otro. Las curvas de voltaje PpCpP se descargan un minuto antes que las PCpCP, esto se debe a que las cargas PpCpP eran inferiores a las de PCpCP y por tanto tardan menos a llegar a 0 V.

8.12. Elección final.

Al acabar de analizar las técnicas de estudio, los cálculos derivados de ellos y el montaje de la prueba electrolítica, podemos concluir que polímero en configuración multicapa de los nueve planteados es el más adecuado para desarrollar la función de supercapacitor. Este polímero tiene la configuración PEDOT/COP/poros/COP/PEDOT (PCpCP).

La configuración PCpCP ha tenido los mejores resultados en las pruebas realizadas durante este trabajo:

- CP: Potencial 1,069 V, el 3r polímero mejor de los 9.
- LEA: 44,03% de LEA, el 2n polímero en tener menos electroestabilidad perdida.
- SC: 132,45 F/g, el mejor polímero de los 9 sacando una diferencia superior a 30 F/g de la segunda configuración multicapa.
- Pila electrolítica: Mayor voltaje almacenado y mayor tiempo de encendido del LED.

Por estos motivos, el polímero PCpCP es el más adecuado para desarrollar la función de supercapacitor.

9. Gestión de residuos.

Como todo trabajo experimental, todo lo generado en el laboratorio también crea unos residuos, los cuales tienen que reciclarse correctamente para no dañar el medio ambiente. En nuestro caso, las disoluciones generadas deben ser enviadas a un contenedor especial. En la siguiente tabla, muestra el contaminante o el material contaminado y donde tiene que ser eliminado.

<i>Residuo</i>	<i>Lugar de desecho</i>
<i>Disolución PEDOT</i>	Bidón de halógenos en disoluciones ácidas
<i>Disolución COP</i>	Bidón de halógenos en disoluciones ácidas
<i>Disolución acetonitrilo + LiClO_4</i>	Bidón de halógenos en disoluciones ácidas
<i>Disolución NaCl 20%</i>	Desagües
<i>Etanol</i>	Desagües
<i>Acetona</i>	Desagües
<i>Parafilm</i>	Bidón de plásticos contaminados
<i>Teflón</i>	Bidón de plásticos contaminados
<i>Pipetas Pasteur de plástico</i>	Bidón de plásticos contaminados

Tabla 41. Residuo y lugar de desecho.

Conclusiones.

Después de haber realizado todo el trabajo de laboratorio, los cálculos requeridos y el análisis correspondiente, podemos llegar a las siguientes conclusiones:

- Se han podido fabricar sistemas multicapa de combinaciones de polímeros orgánicos PEDOT y PNMePy con interfaces nanoperforadas, que han mostrado un comportamiento satisfactorio en su utilización como supercapacitores.
- Se ha demostrado, a través del estudio eléctrico de las muestras obtenidas, que la presencia en el interior de la estructura de una interfase nanoperforada actúa como dieléctrico y, por tanto, mejora sus propiedades de almacenamiento de carga.
- La presencia del copolímero PNMePy-PEDOT confiere al material una mayor capacidad de almacenamiento de energía, en comparación a las combinaciones con PEDOT sólo.
- De las diferentes configuraciones multicapa ensayadas, con 0, 1, 2 o 3 interfases nanoperforadas, se puede concluir que el mejor resultado corresponde a la combinación PCpCP, con una sola capa de poros intermedia.
- Del estudio cronopotenciométrico de las 9 multicapas ensayadas se puede concluir que la mayor estabilidad en cuanto al potencial alcanzado corresponde a los sistemas PSCSCSP, PCCP y PCpCP.
- Del estudio ciclovoltamperométrico de las 9 multicapas ensayadas se observa que las configuraciones que han mostrado una menor pérdida de electroactividad son PSCSCSP, PCpCP y PP, mientras que las mejores capacitancias específicas han resultado ser la de las multicapas PCpCP, PpCpCpP y PCP.
- A la hora de realizar el montaje de la pila electrolítica hemos sacado varias conclusiones. La primera es que la configuración PCpCP se compara con la PpCpP; la primera es la que mantiene encendido el LED durante 50 s mientras que la segunda sólo 30 s. Y la segunda es que las configuraciones sin capa de poros en la interfase no han resultado efectivas, en las mismas condiciones experimentales, para encender la luz del LED.

Análisis económico.

En este apartado realizaremos el análisis económico del coste de todo el proyecto. Para explicarlo paso por paso, agruparemos los gastos económicos en gastos material, gastos de reactivos, gasto salarial y por último gasto total.

Gasto material.

El gasto material podemos dividirlo en tres tablas: material del laboratorio, material circuito eléctrico y material amortizable.

- Material del laboratorio.

Material	Unidad	Precio unidad (€)	Precio final (€)
Matraz aforado 50 mL + tapón	4	3,09	12,36
Matraz aforado 100 mL + tapón	1	3,57	3,57
Pipeta Pasteur de plástico 500 ud	20	11,56	0,46
Pipeta Pasteur de vidrio 250 ud	10	13,67	0,55
Tapones de goma	20	0,20	4,00
Embudo Alemán	2	2,14	4,28
Embudo Pesasustancias	1	22,36	22,36
Espátula- cuchara plana	1	2,89	2,89
Vaso de precipitado 50 mL	3	0,96	2,88
Vaso de precipitado 100 mL	3	0,96	2,88
Parafilm 38 m x 10 cm	1	33,86	33,86
Tubo de látex 8 mm x 12 mm x 5 m	1	13,75	13,75

Material	Unidad	Precio unidad (€)	Precio final (€)
Teflon 12 m x 12 mm x 0,075 mm	1	0,36	0,36
Tijeras	1	3,45	3,45
Celda electrolítica de 5 bocas	4	100,00	400,00
Electrodo de acero 15 x 1 cm 20 ud	20	4,33	4,33
Electrodo de referencia	1	172,00	172,00
Total			683,98
Total + IVA (21%)			827,62

Tabla 42 Gasto material del laboratorio.

- Material circuito eléctrico.

Material	Unidad	Precio unidad (€)	Precio final (€)
Cables de conexión 10 ud	10	9,28	9,28
LED	1	0,45	0,45
Resistencias 86 ud	2	8,97	0,21
Total			9,94
Total + IVA (21%)			12,03

Tabla 43. Gasto material circuito eléctrico.

- Material amortizable.

Parte del material utilizado en la parte experimental son equipos eléctricos como el potenciómetro, el ordenador y la balanza analítica. Estos aparatos tienen una gran vida útil, por ello realizamos su amortización, que es el cálculo del precio del tiempo de uso, en este caso, 3 meses. Para ello realizamos la siguiente fórmula:

$$\text{Amortización (€)} = \text{Precio unidad} * \frac{\text{tiempo de uso}}{\text{vida útil}} \quad \text{Eq (1.3.)}$$

Material	Unidad	Vida útil (año)	Precio unidad (€)	Precio final (€)
Potenciostato	1	10	4500,00	112,5
Ordenador	1	10	800,00	20
Nova 2.1.	1	10	2000,00	50
Balanza analítica	1	10	950,00	23,75
Fuente de alimentación	1	10	64,90	1,62
Multímetro	2	10	105,51	5,28
Total				213,15
Total + IVA (21%)				257,91

Tabla 44. Gastos material amortizado.

Gasto de reactivos

En la parte de reactivos, realizamos como en el punto de gastos amortizados. Cogemos el valor del recipiente de compra con el volumen o la masa correspondiente y hacemos el cálculo de lo que nos cuesta usar la cantidad necesaria para el experimento.

$$\text{Reactivo (€)} = \text{Precio unidad} * \frac{\text{cantidad utilizada}}{\text{cantidad recipiente}} \quad (\text{Eq. 1.4})$$

Reactivos	Cantidad	Precio unidad (€)	Precio final (€)
EDOT (1 g)	0,2 g	69,70	1,39
NMePy (1 g)	0,1 g	0,32	0,03
Perclorato de litio (1000 g)	20 g	10,00	0,2
Acetonitrilo (2,5 L)	1 L	352,00	140,8
Cloruro sódico (1000 g)	100 g	25,52	2,55

Reactivos	Cantidad	Precio unidad (€)	Precio final (€)
Cloruro potásico (0,25 L)	0,1 L	26,80	10,72
Nitrógeno (5L)	2 L	310,00	124
Etanol (1L)	1 L	2,36	2,36
Acetona (1L)	1 L	3,29	3,29
Total			285,34
Total + IVA (21%)			345,26

Tabla 45. Gasto de reactivos.

Gasto salarial.

En este punto hablamos sobre el gasto de mano de obra. La contratación de un técnico de laboratorio durante la realización del proyecto.

Trabajador	Precio hora (€/h)	Horas totales (h)	Precio total (€)
Técnico de laboratorio	9,00	300	2700,00
Total			2700,00

Tabla 46. Gasto salarial.

Gasto final.

La suma de todos los puntos anteriores hace el total necesario para llevar a cabo este proyecto. Se ha añadido al presupuesto final un 10 % de imprevistos.

Gasto	Presupuesto (€)
Gasto material del laboratorio	827,62
Gasto material circuito eléctrico	12,03
Gasto material amortizado	257,91
Gasto reactivos	345,26
Gasto salarial	2700,00
Imprevistos	414,28
Total	4557,10

Tabla 47. Gasto salarial.

El presupuesto final de este proyecto final de carrera es de 4741,78 €.

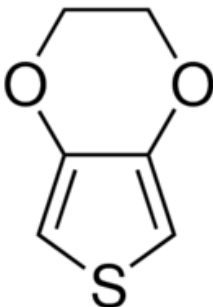

Bibliografía.

- [1] Alemán Llanso, Carlos, *Innovación de Materiales*. <https://eq.upc.edu/es/investigacion/imem> [en línea] [Consulta: 1 diciembre 2018]
- [2] C.Ocampo, R.Oliver, E.Armelin, C.Alemán y F.Estrany, *Electrochemical Synthesis of Poly (3,4-ethylenedioxythiophene) on Steel Electrodes: Properties and Characterization*.
- [3] R.Oliver, A. Muñoz, C.Ocampo, C.Alemán, E.Armelin y F.Estrany, *Electrochemical characteristics of copolymers electrochemically synthesized from N-methylpyrrole and 3,4-ethylenedioxythiophene on steel electrodes: Comparison with homopolymers*.
- [4] C.Ocampo, C.Alemán, R.Oliver, L.Arnedillo, O.Ruiz y F.Estrany, *Copolymers of N-methylpyrrole and 3,4-ethylenedioxythiophene: structural, physical and electronic properties*.
- [5] N.Borràs, F.Estrany y C.Alemán, *Nanophase-segregation in the dielectric layer enhances the charge storage capacity of polymeric electrochemical supercapacitors*.
- [6] W.D.Callister. *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Editorial Reverté S.A
- [7] <https://www.tudosobreplasticos.com/polimerizacão/homoecopo.asp> [En línea] [29/04/2019]
- [8] <http://www.eumed.net/rev/tlatemoani/03/mrlch.htm> [En línea] [02/05/2019]
- [9] <https://prezi.com/yqy8btsbrotd/polimeros-conductores-de-electricidad-y-su-aplicacion-en-la/> [En línea] [02/05/2019]
- [10] https://www.researchgate.net/figure/Figura-1-Polimeros-conductores-mas-comunes-La-combinacion-de-polimeros-y-nanoparticulas_fig1_227433183 [En línea] [02/05/2019]
- [11] http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/ELECTRODOSDEMEDIDAYDEREFERENCIA_22645.pdf [En línea] [03/05/2019]
- [12] Posudievsky, O.Y. et al., *Structure and electronic properties of poly(3,4-ethylenedioxythiophene) poly(styrene sulfonate) prepared under ultrasonic irradiation*. Synthetic Metals. Vol. 195, 2014 p. 335-339.
- [13] F. Jonas, L. ". Groenendaal, D. Freitag, H. Pielartzik y J. R. Reynolds, «Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) and Its Derivatives: Past, Present, and Future», Advanced Materials, vol. 12, núm. 7, pp. 481-494, 2000.
- [14] https://es.slideshare.net/mar_dana/tema-7-electroquimica [En línea] [10/05/2019]
- [15] <https://www.slideserve.com/kuame-rodriguez/t-cnica-electroquimica> [En línea] [15/05/2019]
- [16] <http://aprendeenlinea.udea.edu.co/lms/ova/mod/resource/view.php?inpopup=true&id=738> [En línea] [13/05/2019]

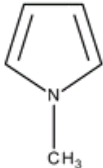

- [17] <https://www.fishersci.es/shop/products/3-4-ethylenedioxythiophene-99-across-organics/15264418/en#tab1> [13/03/2019] [En línia]
- [18] http://www.merckmillipore.com/ES/es/product/msds/MDA_CHEM-820832?Origin=PDP [29/05/2019] [En línia]
- [19] <https://www.fishersci.com/store/msds?partNumber=AC423865000&productDescription=LITHIUM+PERCHLORATE+500G&vendorId=VN00032119&countryCode=US&language=en> [29/05/2019] [En línia]
- [20] https://www.cdhfinechemical.com/images/product/msds/80_1020415589_LITHIUMPERCHLORATETRIHYDRATE-CASNO.13453-78-6-MSDS.pdf [29/05/2019] [En línia]
- [21] http://www.merckmillipore.com/ES/es/product/msds/MDA_CHEM-102904?Origin=SERP [29/05/2019] [En línia]
- [22] <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/Oa100/nspn0088.pdf> [29/05/2019] [En línia]
- [23] http://www.merckmillipore.com/ES/es/product/msds/MDA_CHEM-106404?Origin=PDP [29/05/2019] [En línia]
- [24] <http://www.quimica.una.ac.cr/index.php/documentos-electronicos/category/13-hojas-de-seguridad?download=204:cloruro-de-sodio&start=100>. [29/05/2019] [En línia]
- [25] <http://www.gtm.net/images/industrial/c/CLORURO%20DE%20POTASIO.pdf>
- [26] <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/Oa100/nspn0040.pdf> [29/05/2019] [En línia]
- [27] <https://www.upc.edu/prevencio/ca/seguretat-higiene/arxius/manipulacio-productes-quimics/fds-acetona.pdf> [29/05/2019] [En línia]
- [28] http://85.118.243.114/SDS/SDS_files/ES/089A-1.pdf [29/05/2019] [En línia]
- [29] <http://www.indura.cl/Descargar/Nitr%C3%B3geno?path=%2Fcontent%2Fstorage%2Fcl%2Fbioteca%2F7d2cfa4e26b1402db3598e9dbb1e49b2.pdf> [29/05/2019] [En línia]
- [30] http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-CH-Site/fr_FR/-/CHF/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM-146654&DocumentId=146654_SDS_CO_ES.PDF&DocumentType=MSD&Language=ES&Country=C [29/05/2019] [En línia]

Anexo 1. Fichas de seguridad.



A1.1. EDOT.

Nombre del producto: EDOT	
Nombre sistemático del producto: 3,4-Etilenodioxitiofeno	
No CAS: 126213-50-1	Fórmula molecular: $C_6H_6O_2S$
Fórmula estructural: 	Massa molar (g/mol): 142.172
Presentación, disolvente y concentración: líquido incoloro con olor característica. 99% de concentración.	
Punto de fusión: 10,5 – 12°C	Punto de ebullición: 193°C
Densidad (kg/m³): 1331	Propiedad ácido-base (pka, pkb):
T de inflamación: 109°C	Solubilidad en agua: insoluble
Pictogramas de seguridad: 	
Peligros: H319 - Provoca irritación ocular grave H311 - Tóxico en contacto con la piel H412 – Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos. H302 – Nocivo en caso de ingestión	
Límites de exposición:	
Otros datos de interés: P280 – Llevar guantes, bata, gafas de seguridad, máscara de protección. P302 + P352 – En caso de contacto con la piel, lavar con abundante agua. P305+P351+P338 – En caso de contacto con los ojos, aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. P312- Llamar a un centro de toxicología o al médico si la persona se encuentra mal	
Bibliografía: [17]	

A1.2. NMPy.

Nombre del producto: N-metilpyrrol	
Nombre sistemático del producto: 1-metilpyrrol	
No CAS: 95-54-8	Fórmula molecular: C_5H_7N
Fórmula estructural: 	Massa molar (g/mol): 81,12
Presentación, disolvente y concentración: líquido amarillo, con olor característico. 99% de concentración	
Punto de fusión: $-57^{\circ}C$	Punto de ebullición: $111-113^{\circ}C$
Densidad (kg/m^3): 910	Propiedad ácido-base (pka, pkb): 10,4
T de inflamación: $16^{\circ}C$	Solubilidad en agua: 13 g/L
Pictogramas de seguridad: 	
<p>Peligros: H225: Líquido y vapores muy inflamables.</p> <p>H302: Nocivo en caso de ingestión.</p> <p>H315: Provoca irritación cutánea</p>	
<p>Otros datos de interés: P210: mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama o superficies calientes.</p> <p>P240: conectar a tierra equipotencial del recipiente y del equipo de recepción.</p> <p>P302 + P32: en caso de contacto con la piel, lavar con agua y jabón abundante.</p> <p>P313: consultar a un médico.</p> <p>P403 + P233: almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente.</p>	
Bibliografía: [18]	

A1.3. Perclorato de litio.

Nombre del producto: Perclorato de litio	
Nombre sistemático del producto: Perclorato de litio	
No CAS: 7791-03-9	Fórmula molecular: LiClO ₄
Fórmula estructural: $\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{O}=\text{Cl}-\text{O}^- \text{ Li}^+ \\ \\ \text{O} \end{array}$	Massa molar (g/mol): 106,39
Presentación, disolvente y concentración: sólido cristalino de color blanco e inodoro. 95% de concentración	
Punto de fusión: 236°C	Punto de ebullición: N/A
Densidad (kg/m ³): 1841	Propiedad ácido-base (pka, pkb): 6-7,5
T de inflamación: No aplicable	Solubilidad en agua: 600g/L
Pictogramas de seguridad:	 
Peligros: H272: Puede intensificar el fuego. H315: Causa irritación en la piel. H319: Provoca irritación ocular grave. H335: Puede causar irritación respiratoria.	
Otros datos de interés: P220: Mantener alejado de materiales combustibles. P261: Evitar respirar el polvo. P305 + P351 + P333: En caso de contacto con los ojos, limpiar cuidadosamente con agua durante varios minutos, retirar lentes de contacto, en caso de que haya y sean fáciles de quitar. Continuar limpiando.	
Bibliografía : [19] [20]	

A1.4. Acetonitrilo.

Nombre del producto: Acetonitrilo	
Nombre sistemático del producto: Cianuro de metilo	
No CAS: 75-05-8	Fórmula molecular: C_2H_3N
Fórmula estructural: <div style="text-align: center;"> </div>	Massa molar (g/mol): 44,07
Presentación, disolvente y concentración: líquido incoloro con olor característico. 99% de concentración	
Punto de fusión: -42°C	Punto de ebullición: 82°C
Densidad (kg/m ³): 840	Propiedad ácido-base (pka, pkb):
T de inflamación: 2°C	Solubilidad en agua: soluble a 20°C
Pictogramas de seguridad:	
Peligros: H225: Líquido y vapores muy inflamables. H332: Nocivo en caso de inhalación. H302: Nocivo en caso de ingestión. H312: Nocivo en contacto con la piel H319	
Otros datos de interés: P210: Mantener de fuentes de calor P305 + P351 + P338: En caso de contacto con los ojos, aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.	
Bibliografía: [21] [22]	

A1.5. Cloruro sódico.

Nombre del producto: sal común	
Nombre sistemático del producto: cloruro sódico	
No CAS: 7647-14-5	Fórmula molecular: NaCl
Fórmula estructural: $[\text{Na}]^+ [\text{:}\ddot{\text{Cl}}\text{:}]^-$	Massa molar (g/mol): 58,44
Presentación, disolvente y concentración: sólido cristalino blanco, inodoro y olor salino	
Punto de fusión: 801°C	Punto de ebullición: 1413°C
Densidad (kg/m ³): 2170	Propiedad ácido-base (pka, pkb): 4,5-7
T de inflamación: No aplica	Solubilidad en agua: 358 g/L
Pictogramas de seguridad: no tiene pictogramas	
Peligros: No es una sustancia peligrosa de acuerdo con el Reglamento (CE) No. 1272/2008	
Otros datos de interés: Esta sustancia no tiene ninguna advertencia.	
Bibliografía: [23] [24]	

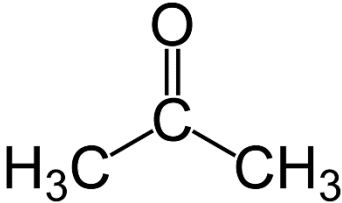

A1.6. Cloruro potásico.

Nombre del producto: cloruro potásico	
Nombre sistemático del producto: cloruro potásico	
No CAS: 7447-40-7	Fórmula molecular: KCl
Fórmula estructural: $\text{Cl}^- \quad \text{K}^+$	Massa molar (g/mol): 74,55
Presentación, disolvente y concentración: sólido cristalino de color blanco inodoro. 100% de concentración.	
Punto de fusión: 770°C	Punto de ebullición: 1500°C
Densidad (kg/m ³): 1987	Propiedad ácido-base (pka, pkb): 7
T de inflamación: no es inflamable	Solubilidad en agua: 355 g/L
Pictogramas de seguridad: no tiene pictogramas	
Peligros: No es una sustancia peligrosa de acuerdo con el Reglamento (CE) No. 1272/2008	
Otros datos de interés: Esta sustancia no tiene ninguna advertencia.	
Bibliografía: [25]	



A1.7. Etanol.

Nombre del producto: alcohol etílico	
Nombre sistemático del producto: etanol	
No CAS: 64-17-5	Fórmula molecular: C ₂ H ₆ O
Fórmula estructural: <div style="text-align: center;"> $\begin{array}{c} \text{H} \quad \text{H} \\ \quad \\ \text{H}-\text{C}-\text{C}-\text{O}-\text{H} \\ \quad \\ \text{H} \quad \text{H} \end{array}$ </div>	Massa molar (g/mol): 46,07
Presentación, disolvente y concentración: líquido incoloro con una olor alcohólico	
Punto de fusión: -117°C	Punto de ebullición: 78°C
Densidad (kg/m ³): 805-812	Propiedades ácido-base (pka, pkb): 7
T de inflamación: 17°C	Solubilidad en agua: soluble en cualquier proporción
Pictogramas de seguridad: <div style="text-align: center;">  </div>	
Peligros: H225: Líquido y vapores muy inflamables H319: Provoca irritación ocular grave	
Otros datos de interés: P210: mantener alejado del calor, de superficies calientes, de chispas, de llamas abiertas y de cualquier otra fuente de ignición. No fumar. P240: Conectar a tierra/equipotencial del recipiente y del equipo de recepción. P305+P351+P338: En caso de contacto con los ojos, enjuagar con agua cuidadosamente durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto cuando estén presentes y pueda hacerse con facilidad. Proseguir con el lavado. P403+P233: Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente	
Bibliografía: [26]	


A1.8. Acetona.

Nombre del producto: acetona	
Nombre sistemático del producto: 2-propanona	
No CAS: 67-64-1	Fórmula molecular: C_3H_6O
Fórmula estructural: 	Massa molar (g/mol): 58,1
Presentación, disolvente y concentración: líquido incoloro con olor frutoso	
Punto de fusión: -95,4°C	Punto de ebullició: 56,2°C
Densidad (kg/m ³): 790	Propiedades ácido-base (pka, pkb): 5-6
T de inflamación: -20 °C	Solubilidad en agua: miscible
Pictogramas de seguridad: 	
<p>Peligros: H225: Líquido y vapores muy inflamables.</p> <p>H319: Provoca irritación ocular grave.</p> <p>H336: Puede provocar somnolencia o vértigo.</p> <p>EUH066: La exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel.</p>	
<p>Otros datos de interés: P210: mantener alejado del calor, de superficies calientes, de chispas, de llamas abiertas y de cualquier otra fuente de ignición. No fumar.</p> <p>P240: Conectar a tierra/equipotencial del recipiente y del equipo de recepción.</p> <p>P305+P351+P338: En caso de contacto con los ojos, enjuagar con agua cuidadosamente durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto cuando estén presentes y pueda hacerse con facilidad. Proseguir con el lavado.</p> <p>P403+P233: Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente</p>	
Bibliografía: [27]	

A1.9. Nitrógeno.

Nombre del producto: Nitrógeno	
Nombre sistemático del producto: Nitrógeno	
No CAS: 7727-37-9	Fórmula molecular: N ₂
Fórmula estructural: 	Massa molar (g/mol): 28
Presentación, disolvente y concentración: gas incoloro e inodoro. 100% de N ₂	
Punto de fusión: -210°C	Punto de ebullición: -196°C
Densidad (kg/m ³): 0,97	Propiedad ácido-base (pka, pkb):
T de inflamación:	Solubilidad en agua: 0,02 g/L
Pictogramas de seguridad:	
Peligros: H280: Contiene gas a presión: peligro de explosión en caso de calentamiento.	
Otros datos de interés: P403: almacenar en un lugar bien ventilado	
Bibliografía: [28] [29]	

A1.10. Agua destilada.

Nombre del producto: Agua destilada	
Nombre sistemático del producto: Agua destilada	
No CAS: 7732-18-5	Fórmula molecular: H ₂ O
Fórmula estructural: 	Massa molar (g/mol): 18
Presentación, disolvente y concentración: líquido incoloro e inodoro. 100% de concentración	
Punto de fusión: 0°C	Punto de ebullición: 100°C
Densidad (kg/m ³): 1000	Propiedad ácido-base (pka, pkb): 7
T de inflamación: no aplicable	Solubilidad en agua: soluble
Pictogramas de seguridad: no tiene pictogramas	
Peligros: No es una sustancia peligrosa de acuerdo con el Reglamento (CE) No. 1272/2008	
Otros datos de interés: Esta sustancia no tiene ninguna advertencia.	
Bibliografía: [30]	

Anexos 2. Tablas ciclos carga-descarga.

A2.1. PCpCP.

	1		2		3	
t (s)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)
10	0,24	1,84	0,16	1,84	0,21	1,85
20	0,37	1,42	0,3	1,44	0,39	1,42
30	0,5	1,14	0,44	1,14	0,49	1,14
40	0,62	0,94	0,57	0,93	0,62	0,93
50	0,74	0,77	0,69	0,76	0,75	0,76
60	0,85	0,64	0,8	0,63	0,86	0,63
70	0,98	0,54	0,92	0,53	0,99	0,51
80	1,08	0,45	1,02	0,44	1,11	0,44
90	1,2	0,32	1,12	0,37	1,21	0,37
100	1,3	0,24	1,23	0,32	1,32	0,31
110	1,41	0,17	1,33	0,27	1,42	0,27
120	1,51	0,13	1,42	0,23	1,54	0,23
140	1,74	0,1	1,6	0,17	1,75	0,17
160	1,96	0,08	1,78	0,12	1,95	0,13
180	2,14	0,07	1,94	0,1	2,14	0,1
200	2,31	0,06	2,1	0,07	2,31	0,08
220	2,4	0,05	2,26	0,06	2,48	0,06
240	2,49	0,04	2,4	0,05	2,63	0,05
260	2,63	0,04	2,52	0,04	2,74	0,04
280	2,74	0,03	2,63	0,03	2,83	0,04
300	2,82	0,03	2,71	0,03	2,9	0,03
320	2,87		2,78		2,94	
340	2,91		2,84		2,97	
360	2,93		2,88		2,99	
380	2,96		2,92		3,01	
400	2,98		2,95		3,03	
420	2,99		2,96		3,04	
440	3		2,98		3,05	
460	3,01		3		3,06	
480	3,02		3,01		3,07	

Tabla 48. Ciclos carga-descarga 1,2 y 3 de PCpCP.

	4		5		6	
t (s)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)
10	0,21	1,87	0,21	1,87	0,24	1,84
20	0,35	1,43	0,35	1,42	0,4	1,46
30	0,49	1,14	0,49	1,15	0,53	1,18
40	0,62	0,93	0,62	0,97	0,66	0,98
50	0,75	0,76	0,75	0,81	0,79	0,82
60	0,87	0,63	0,88	0,68	0,92	0,69
70	0,99	0,53	0,99	0,59	1,05	0,59
80	1,1	0,44	1,12	0,5	1,16	0,5
90	1,22	0,37	1,24	0,44	1,29	0,43
100	1,33	0,3	1,35	0,38	1,4	0,37
110	1,44	0,27	1,47	0,33	1,53	0,32
120	1,55	0,23	1,58	0,29	1,65	0,28
140	1,77	0,17	1,79	0,22	1,87	0,22
160	1,97	0,13	2	0,17	2,09	0,17
180	2,18	0,1	2,2	0,14	2,3	0,13
200	2,36	0,08	2,38	0,11	2,5	0,11
220	2,54	0,06	2,56	0,09	2,68	0,09
240	2,68	0,05	2,71	0,08	2,82	0,07
260	2,8	0,04	2,82	0,06	2,92	0,06
280	2,89	0,04	2,92	0,05	2,99	0,05
300	2,94	0,03	2,97	0,05	3,04	0,05
320	2,99		3,02		3,07	
340	3,01		3,05		3,09	
360	3,03		3,08		3,11	
380	3,05		3,08		3,12	
400	3,06		3,1		3,13	
420	3,07		3,11		3,14	
440	3,08		3,12		3,15	
460	3,09		3,13		3,16	
480	3,1		3,13		3,16	

Tabla 49. Ciclos carga-descarga 4, 5 y 6 de PCpCP.

A2.2. PpCpP.

	1		2		3	
t (s)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)
10	0,32	1,61	0,32	1,62	0,33	1,66
20	0,53	1,22	0,53	1,18	0,53	1,23
30	0,73	0,94	0,73	0,89	0,74	0,98
40	0,91	0,74	0,91	0,7	0,92	0,77
50	1,07	0,59	1,08	0,56	1,08	0,51
60	1,24	0,47	1,24	0,44	1,25	0,42
70	1,4	0,38	1,4	0,37	1,42	0,36
80	1,53	0,32	1,53	0,3	1,56	0,3
90	1,66	0,26	1,68	0,25	1,7	0,25
100	1,79	0,22	1,81	0,21	1,82	0,22
110	1,9	0,19	1,93	0,18	1,95	0,19
120	2	0,16	2,04	0,15	2,07	0,14
140	2,16	0,12	2,23	0,12	2,27	0,11
160	2,27	0,09	2,35	0,09	2,42	0,09
180	2,35	0,07	2,45	0,07	2,53	0,08
200	2,41	0,06	2,52	0,06	2,6	0,07
220	2,46	0,05	2,57	0,05	2,65	0,07
240	2,5	0,04	2,61	0,04	2,7	0,06
260	2,53		2,64		2,73	
280	2,56		2,67		2,76	
300	2,59		2,7		2,78	
320	2,61		2,72		2,8	
340	2,63		2,74		2,82	
360	2,65		2,76		2,84	
380	2,67		2,77		2,86	
400	2,69		2,79		2,87	
420	2,7		2,81		2,88	
440	2,72		2,82		2,9	
460	2,73		2,83		2,91	
480	2,75		2,84		2,92	

Tabla 50. Ciclos carga-descarga 1,2 y 3 de PpCpP.

	4		5		6	
t (s)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)	V car (V)	V des (V)
10	0,32	1,65	0,34	1,65	0,32	1,66
20	0,53	1,21	0,54	1,18	0,52	1,2
30	0,73	0,91	0,74	0,9	0,72	0,89
40	0,92	0,71	0,92	0,69	0,91	0,69
50	1,09	0,55	1,1	0,55	1,08	0,54
60	1,25	0,44	1,26	0,44	1,24	0,43
70	1,42	0,36	1,41	0,35	1,4	0,35
80	1,56	0,3	1,57	0,29	1,55	0,29
90	1,7	0,25	1,71	0,25	1,7	0,24
100	1,84	0,2	1,86	0,21	1,83	0,2
110	1,97	0,17	1,98	0,18	1,96	0,17
120	2,09	0,15	2,1	0,15	2,09	0,14
140	2,29	0,11	2,32	0,11	2,3	0,11
160	2,45	0,09	2,48	0,09	2,47	0,08
180	2,57	0,07	2,61	0,07	2,59	0,07
200	2,64	0,06	2,68	0,06	2,67	0,05
220	2,7	0,05	2,74	0,05	2,74	0,04
240	2,74	0,04	2,79	0,04	2,78	0,04
260	2,78		2,82		2,82	
280	2,81		2,85		2,85	
300	2,83		2,88		2,88	
320	2,85		2,9		2,91	
340	2,87		2,92		2,93	
360	2,89		2,94		2,94	
380	2,91		2,95		2,96	
400	2,92		2,97		2,98	
420	2,93		2,98		2,99	
440	2,95		2,99		3	
460	2,96		3		3,01	
480	2,97		3,01		3,02	

Tabla 51. Ciclos carga-descarga 4,5 y 6 de PpCpP.

Anexo 3: Tiempos secundarios de carga LED.

t (s)	PCpCP		PpCpP	
	V (V)_2	V (V)_3	V (V)_2	V (V)_3
10	0,35	0,22	0,21	0,24
20	0,46	0,34	0,36	0,4
30	0,58	0,46	0,51	0,55
40	0,69	0,56	0,63	0,69
50	0,79	0,66	0,75	0,83
60	0,89	0,76	0,85	0,96
70	0,99	0,86	0,95	1,1
80	1,09	0,96	1,05	1,2
90	1,18	1,06	1,14	1,33
100	1,28	1,15	1,22	1,44
120	1,46	1,33	1,31	1,55
140	1,65	1,53	1,38	1,64
160	1,84	1,71	1,53	1,81
180	2,01	1,89	1,65	1,96
200	2,18	2,07	1,75	2,09
220	2,33	2,25	1,83	2,22
240	2,47	2,4	1,9	2,34
260	2,57	2,54	1,97	2,43
280	2,66	2,67	2,03	2,51
300	2,74	2,77	2,1	2,57
320	2,8	2,86	2,16	2,62
340	2,86	2,92	2,22	2,65
360	2,9	2,97	2,28	2,68
380	2,94	3,01	2,34	2,7
400	2,98	3,04	2,39	2,72
420	3,01	3,06	2,45	2,74
440	3,03	3,08	2,5	2,75
460	3,06	3,1	2,54	2,77
480	3,08	3,11	2,58	2,78
500			2,62	2,79
520			2,65	2,8
540			2,67	2,81
560			2,69	2,81
580			2,71	2,82
600			2,73	2,82

Tabla 52. Ensayos secundarios de carga LED de ambos polímeros.

Anexo 4: Gráficos de CP y CV de la segunda repetición.

A4.1. PSCSP.

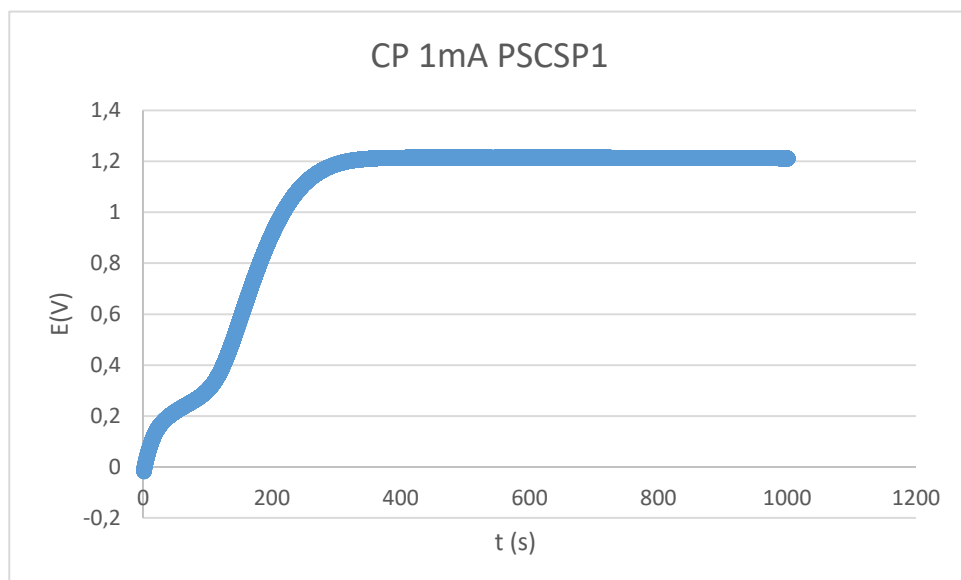


Gráfico 36 CP 1mA PSCSP E vs t.

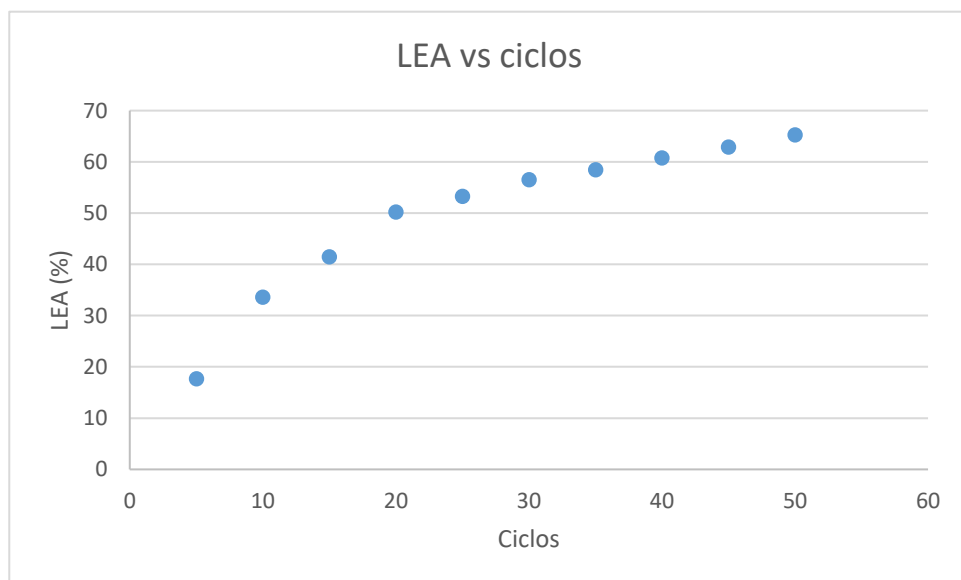


Gráfico 37. LEA vs ciclos PSCSP.

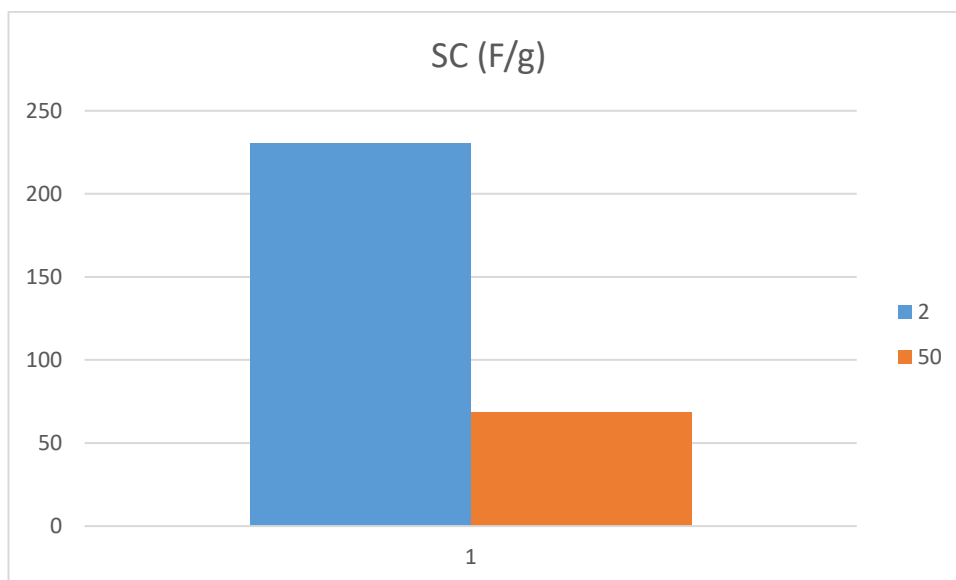


Gráfico 38. SC ciclos 2 y 50 PSCSP.

A4.2 PpCpP.

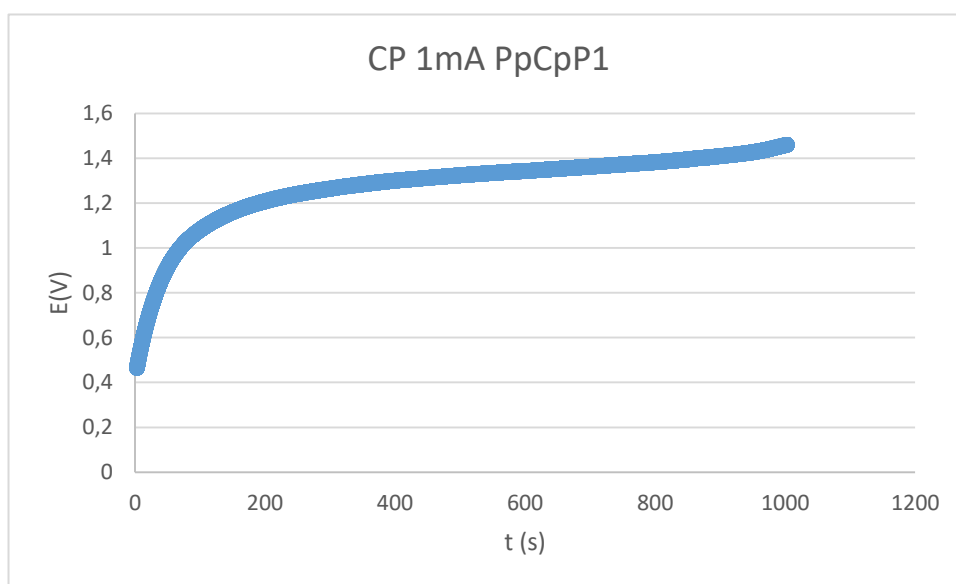


Gráfico 39. CP 1mA PpCpP E vs t.

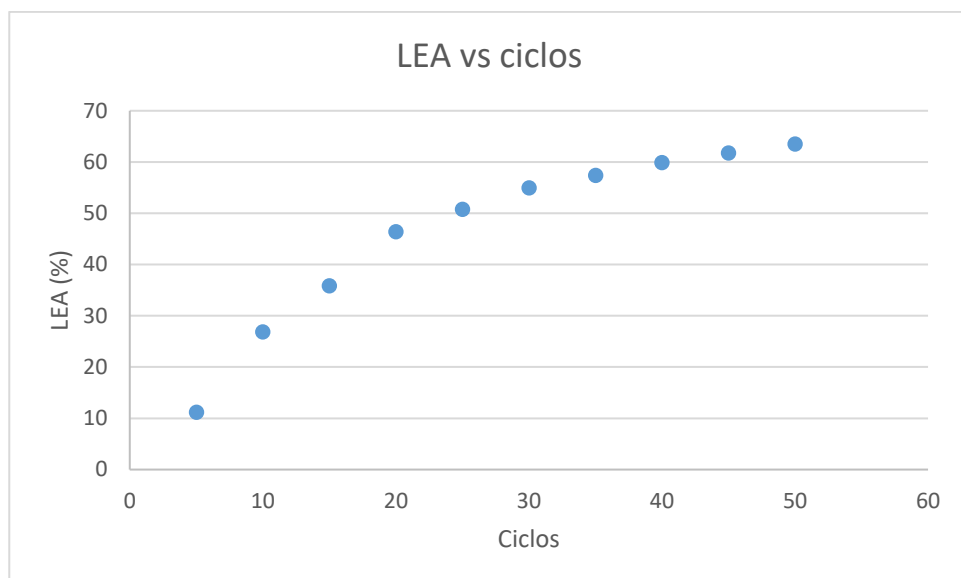


Gráfico 40. LEA vs ciclos PpCpP.

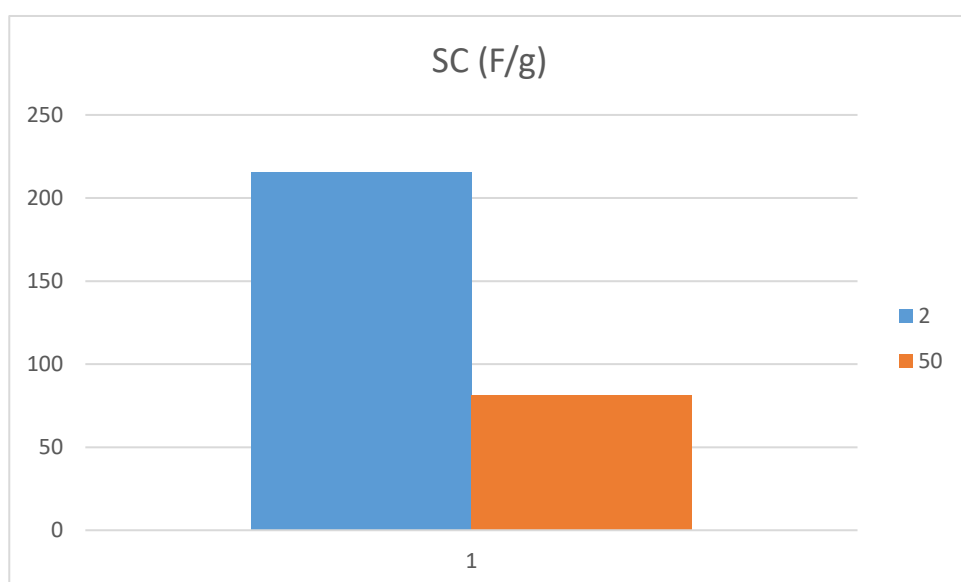


Gráfico 41. SC ciclos 2 y 50 PpCpP.

A4.3. PSCSCSP.

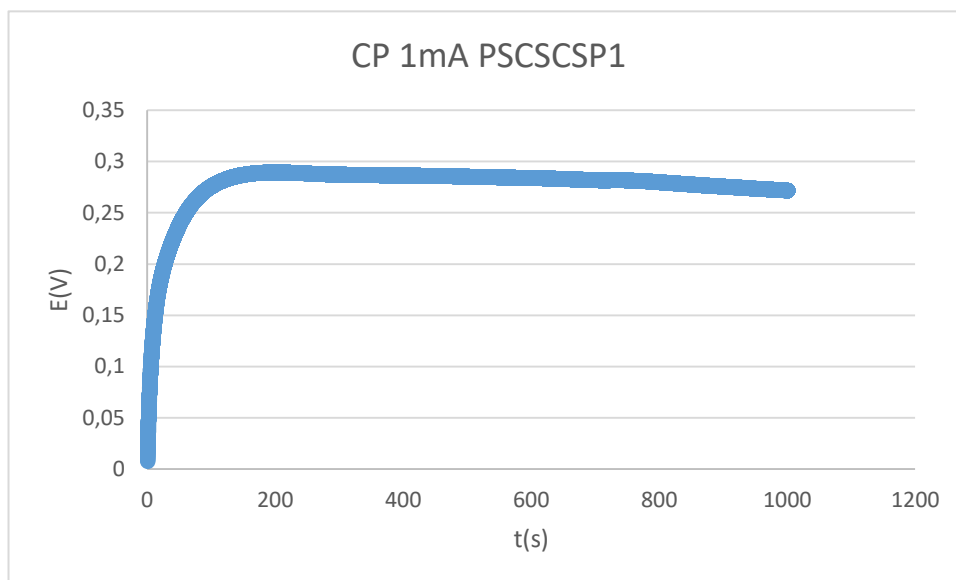


Gráfico 42. CP 1mA PSCSCSP E vs t.

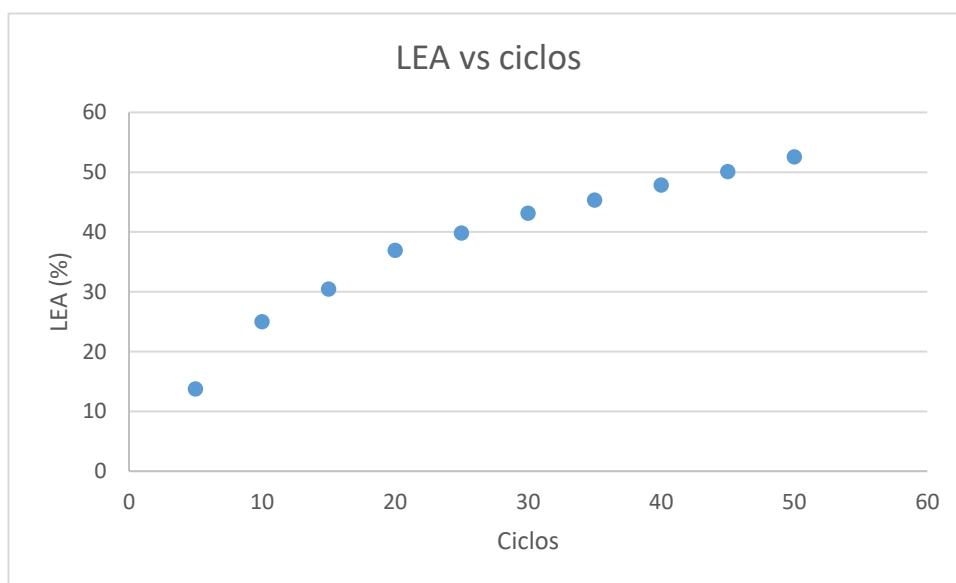


Gráfico 43. LEA vs ciclos PSCSCSP.

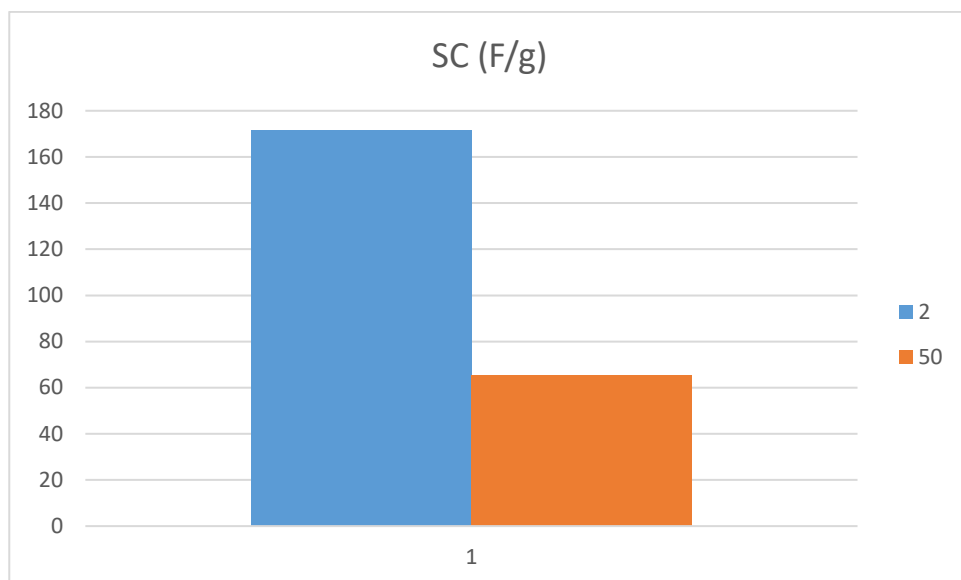


Gráfico 44. SC ciclos 2 y 50 PSCSCSP.

A4.4. PpCpCpP.

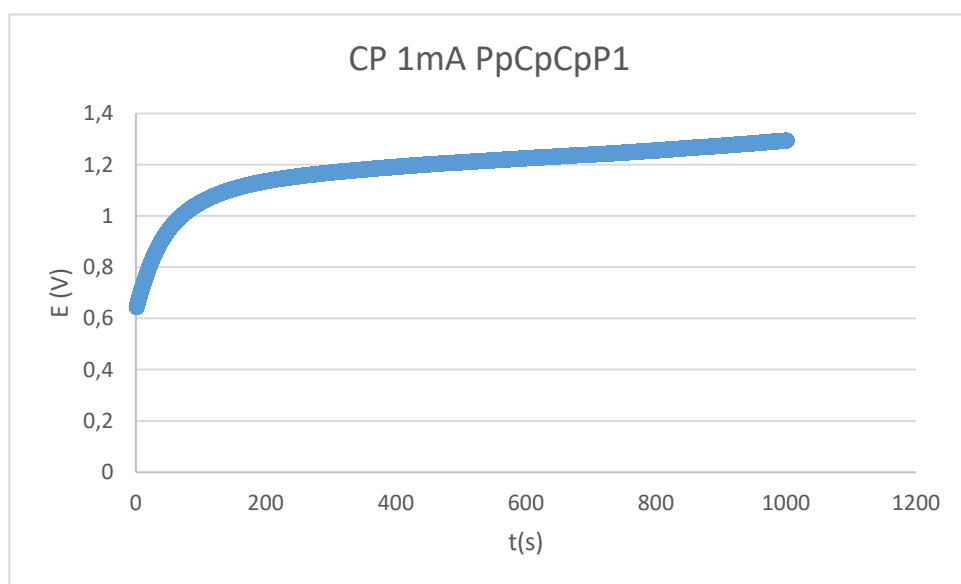


Gráfico 45. CP 1mA PpCpCpP E vs t.

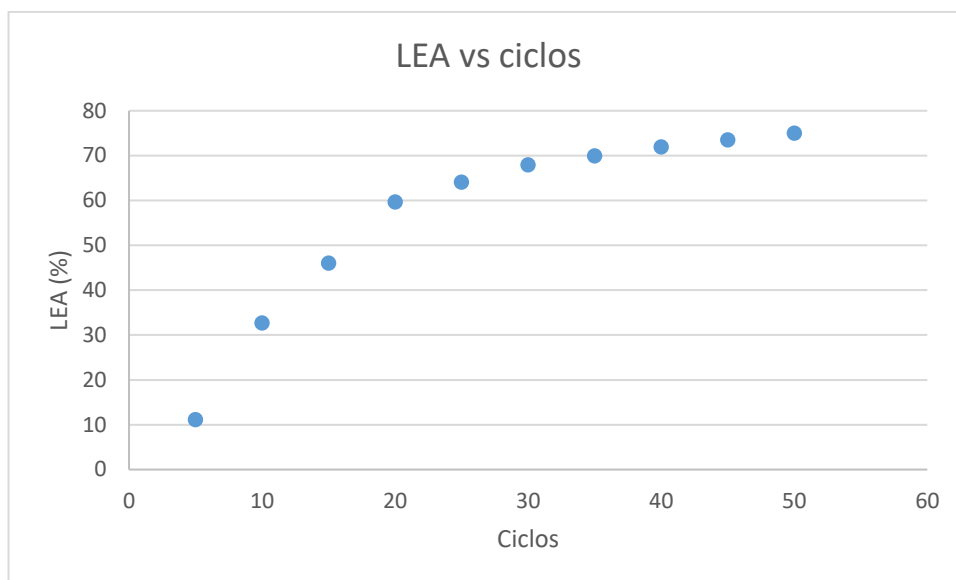


Gráfico 46. LEA vs ciclos PpCpCpP.

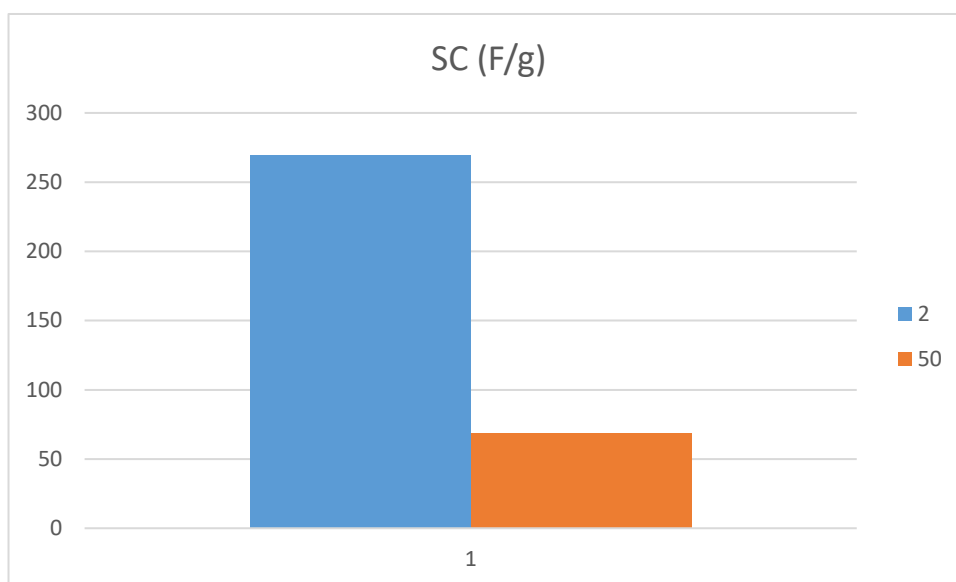
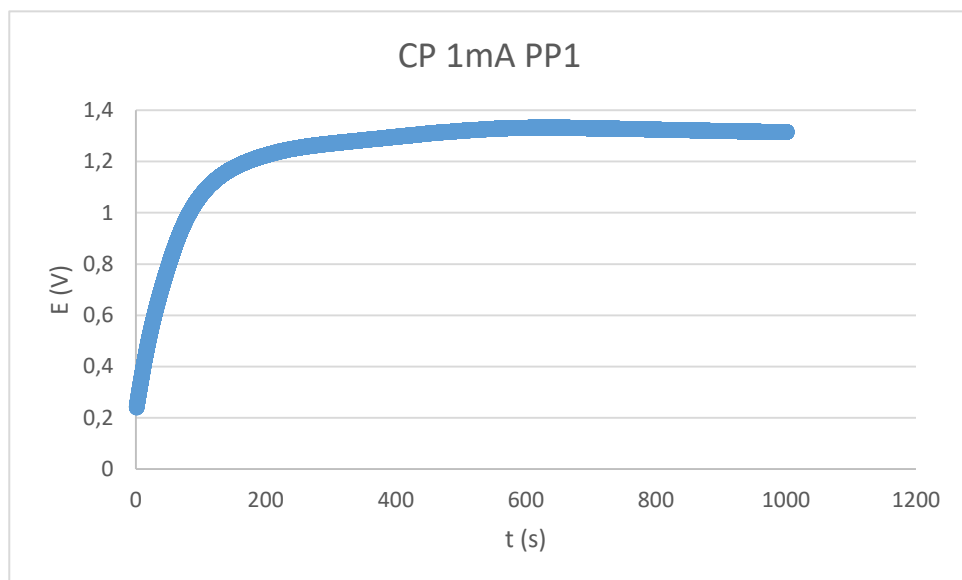
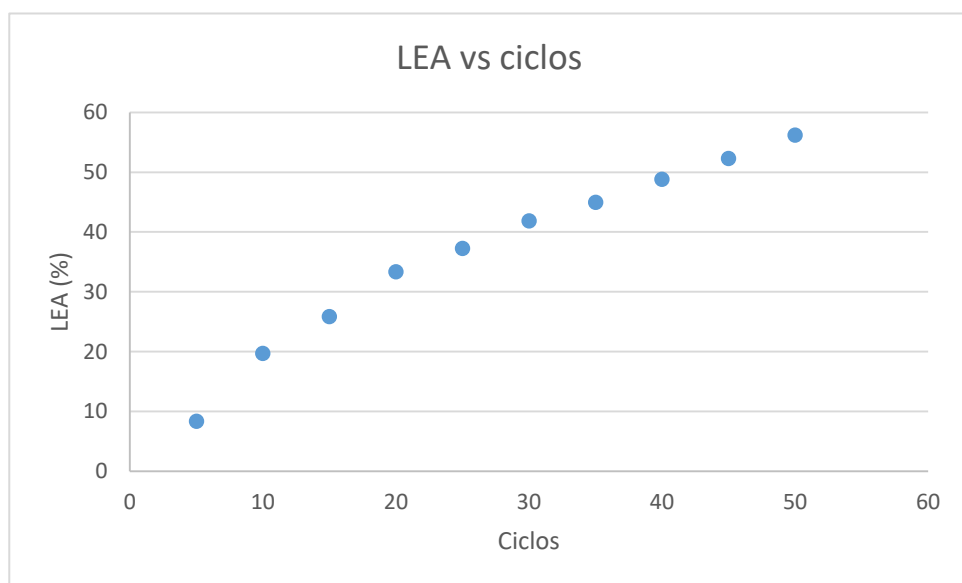


Gráfico 47. SC ciclos 2 y 50 PpCpCpP.

A4.5. PP.*Gráfico 48. CP 1mA PP E vs t.**Gráfico 49. LEA vs ciclos PP.*

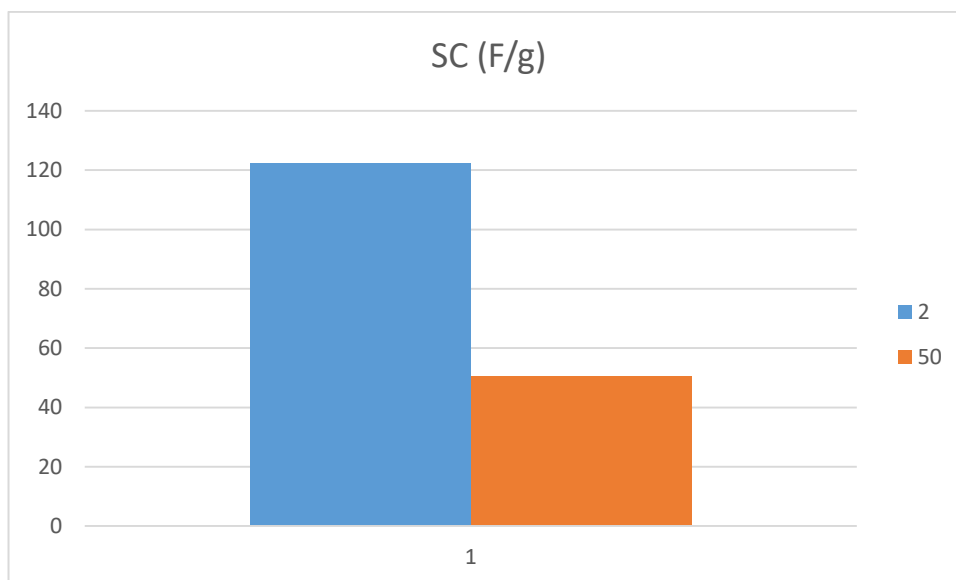


Gráfico 50. SC ciclos 2 y 50 PP.

A4.6. PCP.

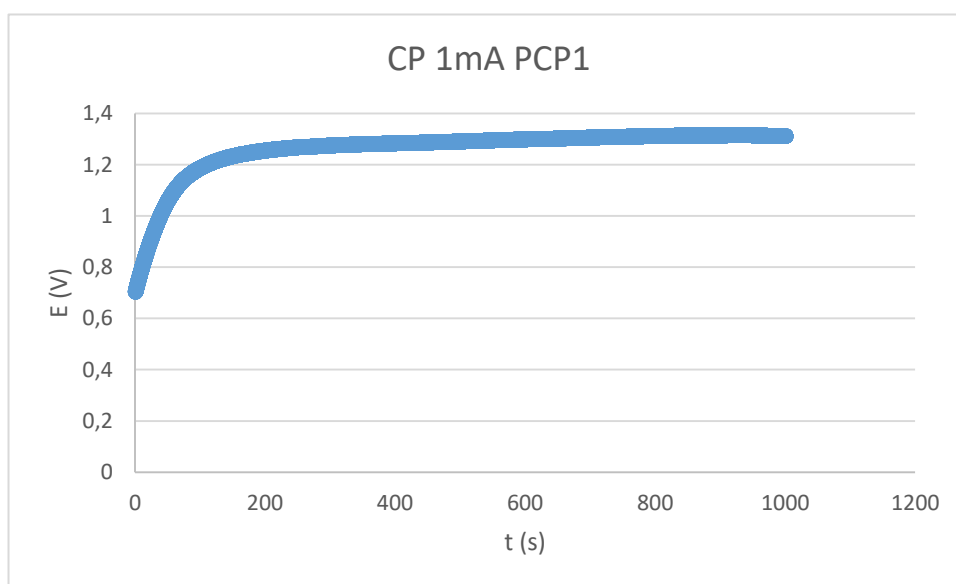


Gráfico 51. CP 1mA PCP E vs t.

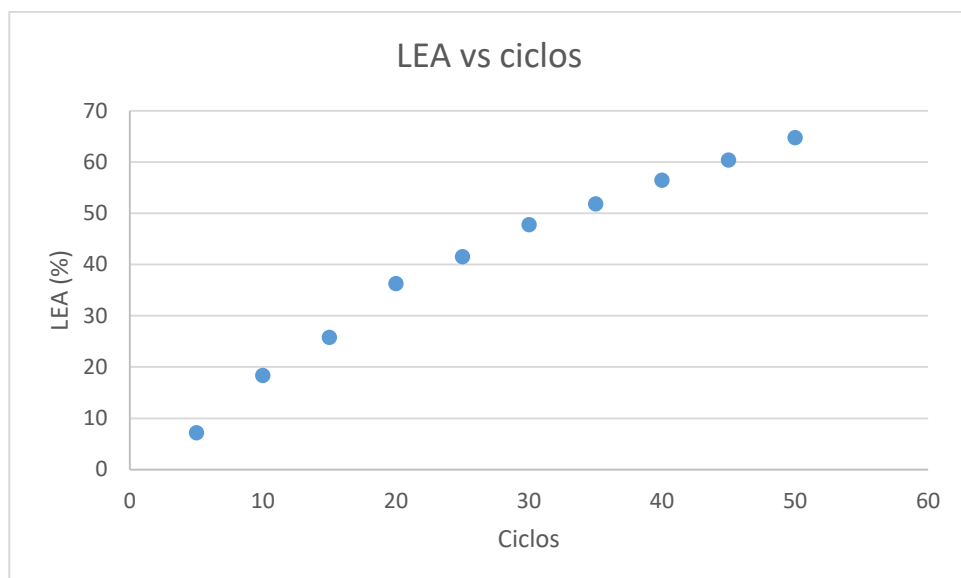


Gráfico 52. LEA vs ciclos PCP.

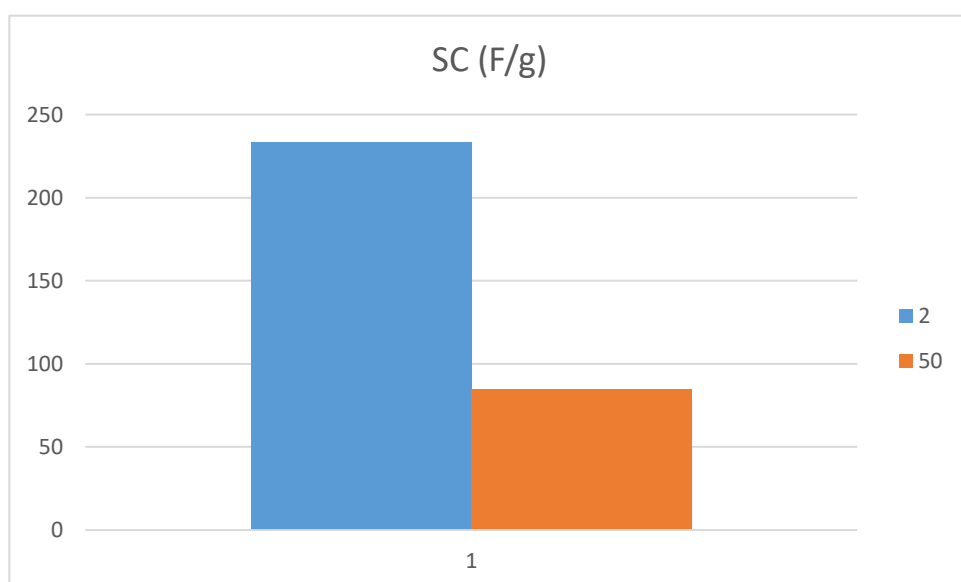


Gráfico 53. SC ciclos 2 y 50 PCP.

A4.7. PCCP.

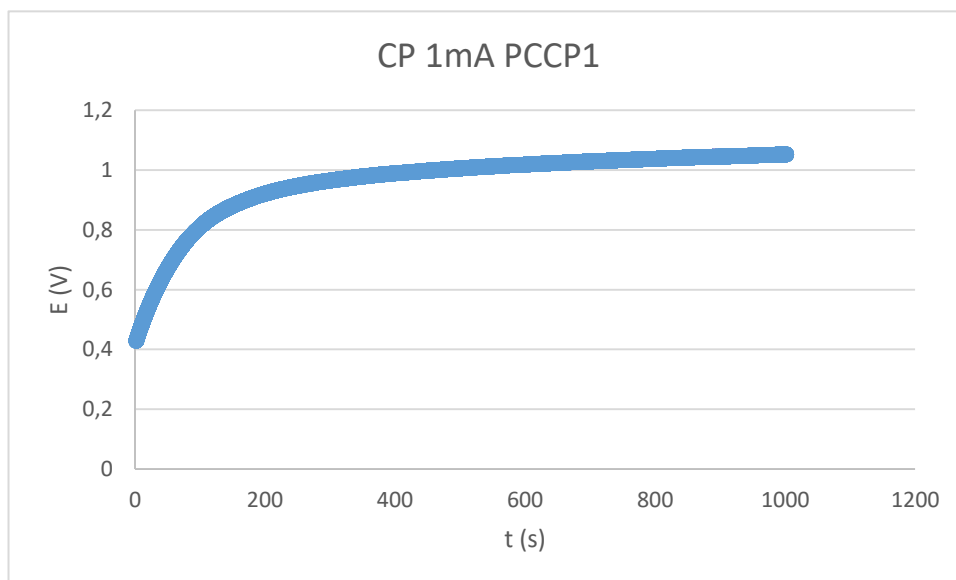


Gráfico 54. CP 1mA PCCP E vs t.

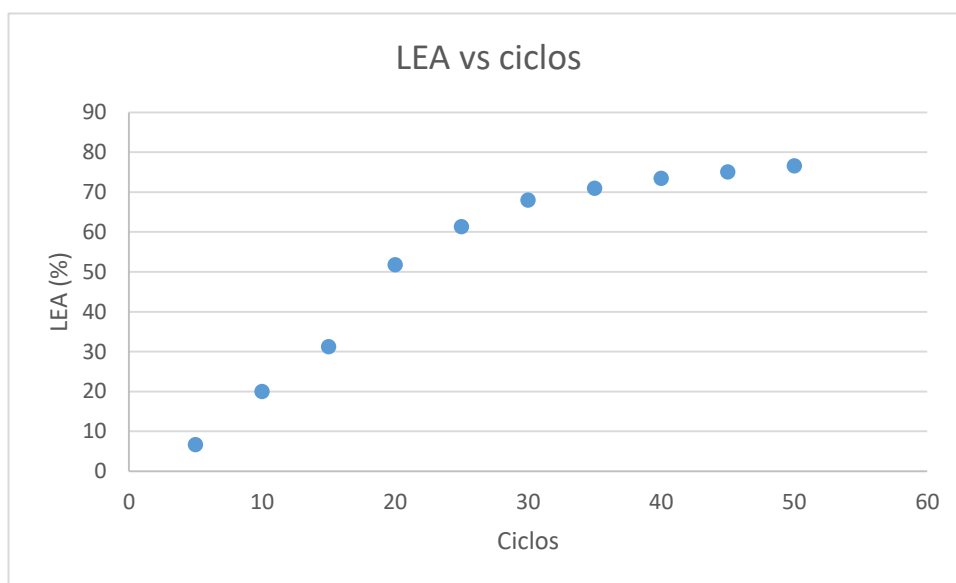


Gráfico 55. LEA vs ciclos PCCP.

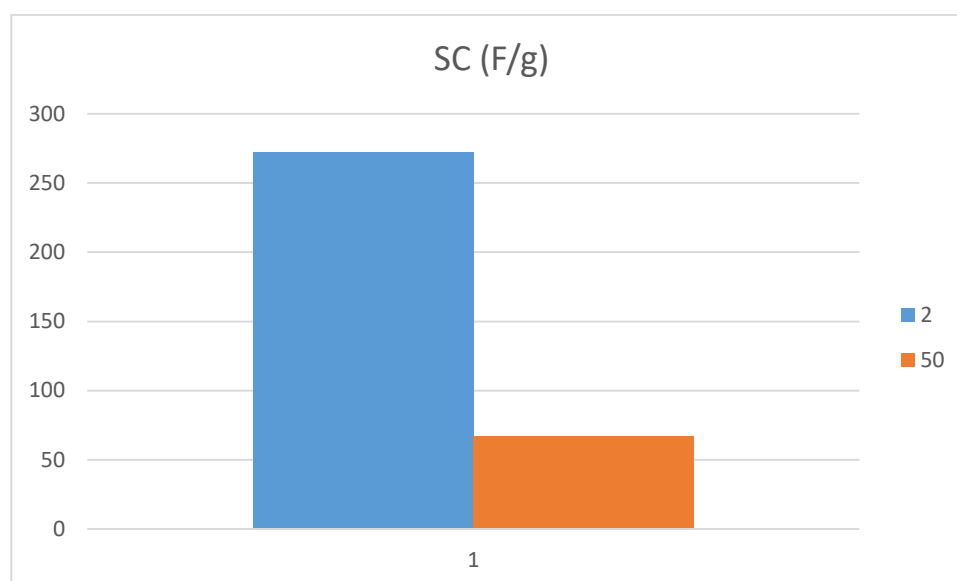


Gráfico 56. SC ciclos 2 y 50 PCCP.

A4.8. PpP.

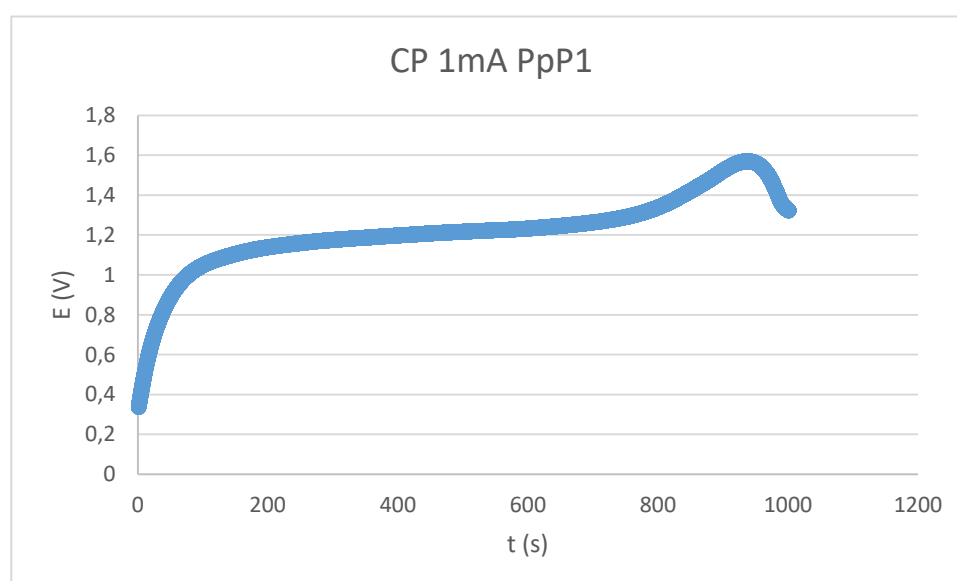


Gráfico 57. CP 1mA PPP E vs t.

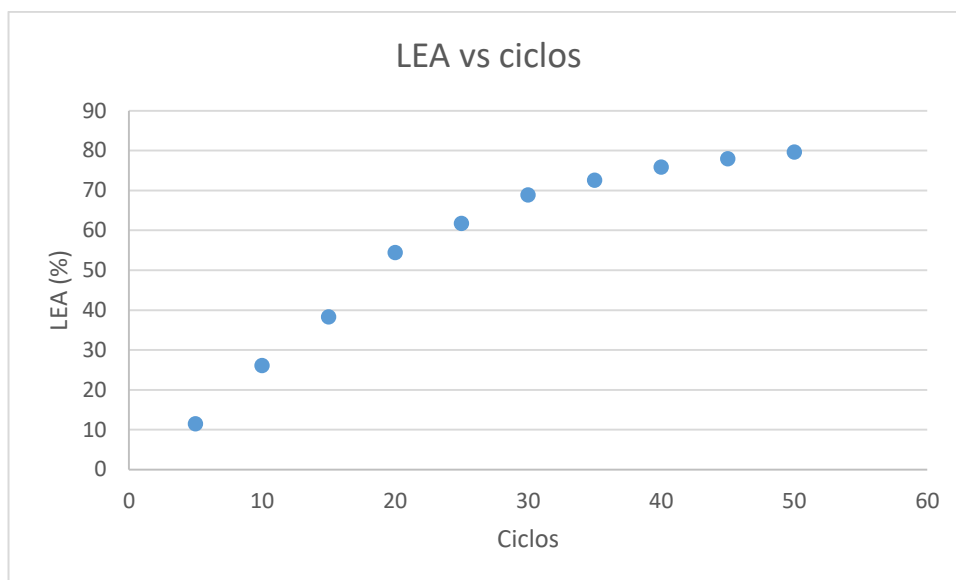


Gráfico 58. LEA vs ciclos PpP.

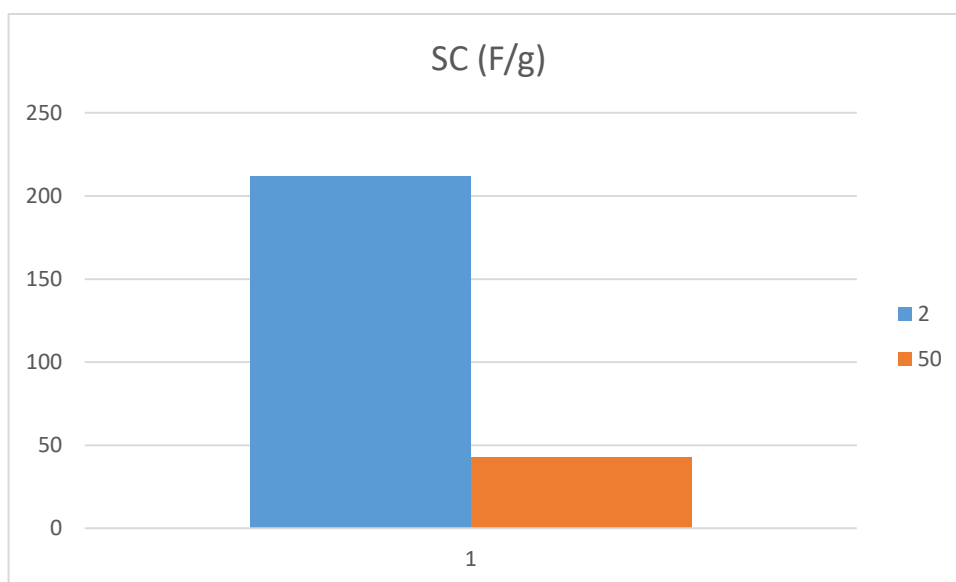


Gráfico 59. SC ciclos 2 y 50 PpP.

A.4.9. PCpCP.

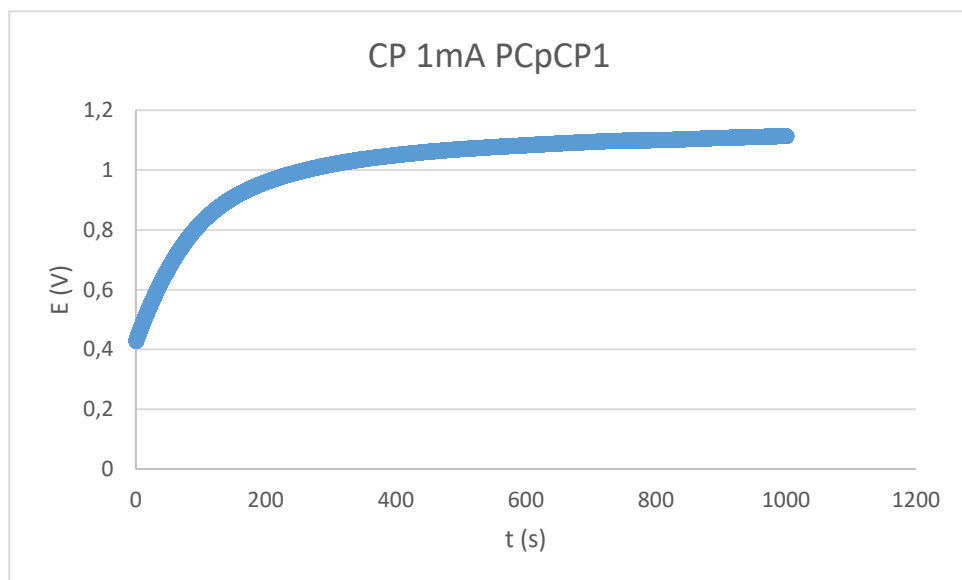


Gráfico 60. CP 1mA PCpCP E vs t.

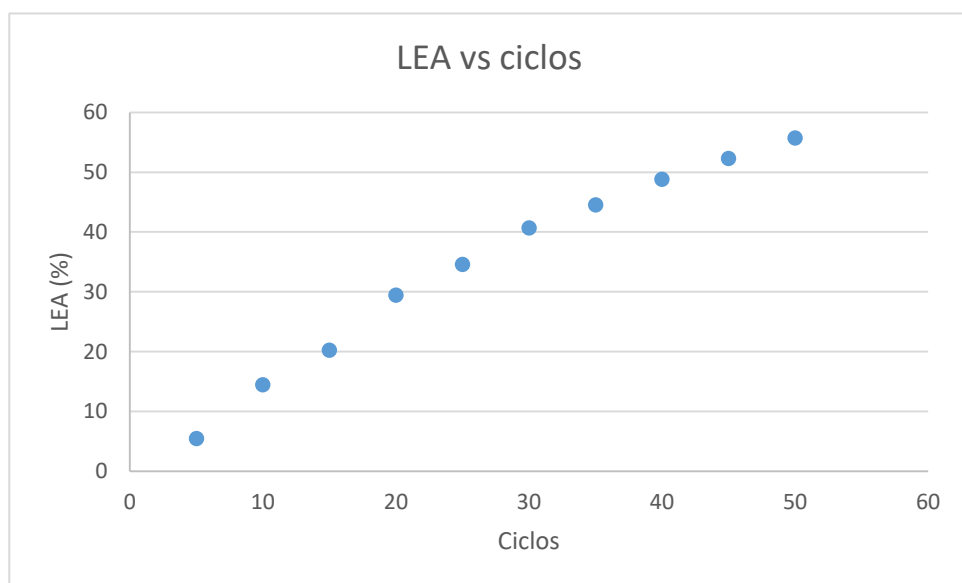


Gráfico 61. LEA vs ciclos PCpCP.

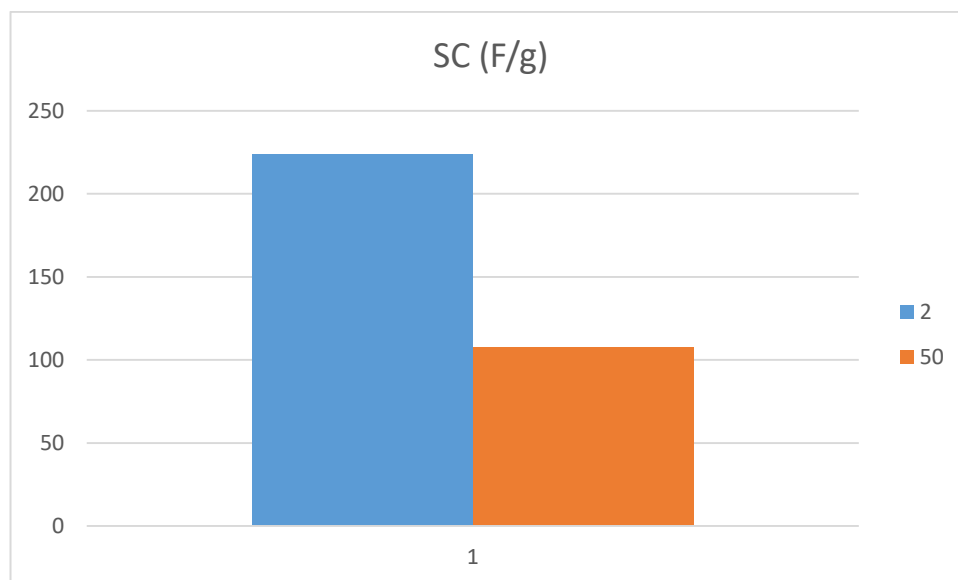


Gráfico 62. SC ciclos 2 y 50 PCpCP.

